



# Effet de la configuration des agitateurs dans une colonne à faible entrefer mécaniquement agitée sur la dispersion du gaz en foisonnement : approches expérimentale et numérique

Kaïes Souidi

## ► To cite this version:

Kaïes Souidi. Effet de la configuration des agitateurs dans une colonne à faible entrefer mécaniquement agitée sur la dispersion du gaz en foisonnement : approches expérimentale et numérique. Autre. Université Blaise Pascal - Clermont-Ferrand II, 2012. Français. NNT : 2012CLF22324 . tel-00836761

**HAL Id: tel-00836761**

**<https://theses.hal.science/tel-00836761>**

Submitted on 21 Jun 2013

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

N° d'ordre : D. U : 2324  
E D S P I C : 600

**UNIVERSITE BLAISE PASCAL – CLERMONT II**  
**ECOLE DOCTORALE**  
**SCIENCES POUR L'INGENIEUR DE CLERMONT-FERRAND**

**Thèse**

Présenté par

**KAIES SOUIDI**

Pour obtenir le grade de

**DOCTEUR D'UNIVERSITE**

**SPECIALITE : GENIE DES PROCEDES**

**Effet de la configuration des agitateurs dans une colonne à faible entrefer  
mécaniquement agitée sur la dispersion de gaz en foisonnement :  
Approches expérimentale et numérique**

Soutenue publiquement le 17 décembre 2012 devant le jury composé de:

Président :	Claude Gilles DUSSAP	Professeur, Université Blaise Pascal, Clermont-Ferrand
Rapporteurs :	Jack LEGRAND	Professeur, GEPEA, UMR/CNRS 6144, Saint-Nazaire
	Jean-Luc COURTHAUDON	Professeur, Université d'Angers, Angers
Examineurs :	Christophe GOURDON	Professeur, LGC, ENSIACET, Toulouse
	Gholamreza DJELVEH	Professeur, ENSCCF, Clermont-Ferrand
	Alain MARCATI	Maitre de Conférences, ENSCCF, Clermont-Ferrand

Directeur de thèse : Gholamreza DJELVEH

Laboratoire : Institut Pascal, Axe GePEB, UMR/CNRS 6602  
Université Blaise Pascal, 24 av des Landais, B.P.206, F-63174, Aubière, France



*Je dédie ce modeste travail à :*

*Mon très cher papa Mohamed Sghaïer et ma très chère maman Fatma qui demeurent toujours à mes côtés. Que Dieu vous protège et vous accorde quiétude et bonne santé. J'ai toujours besoin de vous.*

*Mes frères et sœurs qui m'encouragent sans cesse.*

*Ma très chère femme bienaimée Imen qui m'a offert de plus beaux cadeaux de ma vie: l'amour et l'affection. Elle était toujours à mes cotés et me supporte sans cesse dans des périodes et épreuves aussi difficiles. Je souhaite que notre amour se solidifie davantage.*

*Ma très chère belle famille : mon beau père Abdeljalil, ma belle mère Zohra qui m'ont toujours soutenu.*

*Toute ma grande famille.*

*Tous mes amis et collègues.*

*Enfin, cette thèse a été marquée par un évènement inoubliable dans ma vie : c'est l'immolation du jeune BOUAZIZI par le feu déclenchant ainsi la révolution tunisienne du jasmin contre la dictature.*

*"Lorsqu'un jour le peuple veut vivre,  
Force est pour le Destin, de répondre,  
Force est pour les ténèbres de se dissiper,  
Force est pour les chaînes de se briser".*

*Extrait de « La volonté de vivre » - Poème d'Abou El Kacem Chebbi (1909-1934)*



## *Remerciements*

L'aboutissement de ce doctorat est avant tout le fruit d'un parcours jalonné de nombreuses rencontres. Ces rencontres ont nourri un projet qui, bien au delà du côté scientifique, est devenu un choix de vie. Pleinement conscient de la chance extraordinaire dont j'ai bénéficié, je voudrais profiter de cette occasion qui m'est ici offerte pour remercier en toute sincérité les personnages les plus marquants de ce cheminement.

D'abord à la région d'Auvergne pour les aides financières octroyées pour la réalisation de ce travail.

Je remercie vivement Monsieur Claude-Gilles DUSSAP, professeur et directeur de l'Axe GePEB à l'Institut Pascal, de m'avoir donné l'opportunité d'effectuer ma thèse au sein de son laboratoire et pour avoir présidé le jury de ma thèse.

Je dois également l'aboutissement de ce travail à mon directeur de thèse Monsieur Gholamreza DJELVEH, professeur à l'ENSCCF qui m'a aidé à orienter mes choix. Vous avez été un guide audacieux et si disponible, toujours présent et très réactif. Je vous remercie énormément de votre encadrement scientifique aussi pertinent que fructueux. Je rends hommage votre sens pédagogique pertinent et vos qualités humaines importantes. Merci pour le temps que vous avez consacré à corriger ce mémoire. J'espère véritablement, au-delà de cette thèse, pouvoir encore bénéficier de votre sens du détail, et de l'amplitude de votre champ d'action.

Avoir Alain MARCATI, maître de conférences à l'ENSCCF, comme co-encadrant était un atout certain. Merci pour tes judicieux conseils, ta disponibilité et ta participation à ce travail.

Que Matthieu ROUDET, soit également remercié pour ses conseils précieux, son soutien et sa contribution à ce travail.

Mes remerciements vont également aux membres de jury de ma thèse : Monsieur, Jack LEGRAND, directeur du laboratoire GEPEA et professeur à l'Université de Nantes et Monsieur Jean-Luc COURTHAUDON, professeur à l'Université d'Angers pour avoir accepté de consacrer du temps à

l'évaluation de ce travail en qualité de rapporteurs. Le professeur Christophe GOURDON pour sa participation au jury.

Je salue également tous les membres de notre laboratoire « Axe GePEB » de l'Institut Pascal que j'ai croisés pendant mes trois années de thèse, à la fois pour leur sympathie et leur bonne humeur.



## Table de Matière

Introduction générale.....	1
Chapitre 1 : Echelle du procédé .....	2
A- Synthèse bibliographique .....	3
I. Généralités sur les mousses et le foisonnement.....	3
I. 1. Définitions .....	3
I. 2. Importance industrielle des mousses.....	3
I. 2. 1. Description d'une structure de mousse .....	3
I. 2. 2. Produits foisonnés alimentaires .....	4
I. 3. Complexité de l'opération de foisonnement .....	7
I. 4. Impact des caractéristiques de la phase continue sur les propriétés de la mousse .....	7
I. 4. 1. Effet des propriétés rhéologiques .....	8
I. 4. 2. Importance de la présence des protéines et des surfactants .....	8
II. Procédé du foisonnement : Equipements et appareillages .....	11
II. 1. Caractérisation du produit foisonné .....	11
II. 1. 1. Quantité d'air incorporé .....	11
II. 1. 2. Distribution de la taille des bulles de gaz .....	12
II. 1. 3. Caractérisation de la texture d'une mousse.....	12
II. 2. Conduite de l'opération de foisonnement .....	13
II. 2. 1. Procédés discontinus (ou batch) .....	13
II. 2. 2. Procédés continus .....	13
II. 2. 3. Comparaisons de performances entre CF et RS .....	17
II. 2. 4. Effet de l'agitateur dans la CF.....	18
III. Conclusion .....	19
B- Matériels & Méthodes .....	21
IV. Composition et préparation de la matière première.....	21
IV. 1. Sirop de glucose .....	21

IV. 2. Agents tensioactifs .....	21
IV. 3. Préparation du milieu modèle .....	22
IV. 4. Dispositif du foisonnement en continu .....	22
V. Caractérisation de la matrice modèle .....	24
V. 1. Détermination de la densité .....	24
V. 2. Caractérisation rhéologique.....	24
V. 3. Détermination de la tension de surface.....	25
VI. Caractérisation du produit foisonné .....	25
C- Résultats & Discussions.....	27
VII. Caractérisation du régime d'écoulement .....	27
VIII. Foisonnement en continu .....	29
VIII. 1. Effet de la configuration des agitateurs sur l'efficacité de foisonnement à G/L constant ....	29
VIII. 2. Effet du débit de gaz (G) sur Eff pour la configuration optimale .....	31
VIII. 3. Impact de la configuration des agitateurs sur la taille des bulles .....	32
VIII. 4. Foisonnement en continu : Effet de la substitution de WPI par le Tween 20 .....	35
IX. Conclusion .....	39
Chapitre 2 : Echelle locale .....	41
A- Synthèse bibliographique .....	42
I. Analyse des mécanismes de déformation et rupture des bulles et des gouttes .....	42
I. 1. Déformation et rupture en régime laminaire .....	43
I. 1. 1. Cas de faibles déformations : $Ca \ll 1$ .....	45
I. 1. 2. Cas des déformations élevées : $Ca \gg 1$ .....	47
I. 1. 3. Rupture : $Ca = Ca_c$ .....	52
II. Effet des tensioactifs .....	54
II. 1. Impact sur la dispersion et la coalescence .....	55
II. 2. Impact sur la déformation et la rupture.....	55
III. Effet des propriétés rhéologiques .....	58

IV. Comportement d'une bulle dans une dispersion gaz-liquide concentrée.....	59
V. Conclusion .....	62
B - Matériel et Méthodes .....	64
VI. Systèmes de déformation/rupture des bulles .....	64
VI. 1. Formulations .....	64
VI. 2. Appareillage de visualisation de la déformation/rupture des bulles.....	64
C- Résultats et Discussion.....	67
VII. Dispositifs expérimentaux (Aspects qualitatifs et quantitatifs du comportement des bulles) .....	67
VII. 1. Impact de la configuration des agitateurs sur la dispersion des bulles d'air (aspects qualitatifs) .....	67
VII. 2. Etude quantitative, détermination du Capillaire critique $Ca_c$ .....	70
VII. 3. Comparaison entre le diamètre critique « $d_c$ » et le diamètre moyen des bulles .....	72
VIII. Comparaison des WPI et du Tween 20 sur la déformation et la rupture des bulles .....	73
VIII. 1. Effet sur la déformation .....	73
VIII. 2. Déformation et rupture en présence de tensioactif .....	76
VIII. 2. 1. Cas du Tween 20 .....	76
VIII. 2. 2. Comparaison entre le Tween 20 et les protéines sériques WPI .....	78
IX. Approche théorique sur le transfert et la distribution du tensioactif (TA) sur la surface d'une bulle .....	80
X. Conclusion .....	84
Chapitre 3 : Etude numérique .....	86
A- Synthèse bibliographique .....	87
I. Systèmes d'agitation et agitateurs pour des fluides visqueux : Approche numérique.....	87
II. Conclusion .....	94
B- Description de l'étude numérique .....	95
III. Géométrie des agitateurs.....	95
IV. Maillage du domaine de calcul .....	95
V. Modèle numérique .....	98

C- Résultats & discussions .....	101
VI. Comparaison expérimentale et numérique de $K_p$ .....	101
VII. Modélisation de l'écoulement .....	102
VIII. Taux de cisaillement.....	105
IX. Taux d'élongation.....	107
X. Profil de pression.....	108
XI. Conclusion .....	110
Conclusions générales et Perspectives.....	112
Références bibliographiques.....	115

## Nomenclature

### Nombres adimensionnels

Ca	Nombre Capillaire
Ca <sub>c</sub>	Nombre Capillaire critique
Ne	Nombre de Newton
Re	Nombre de Reynolds
We	Nombre de Weber

### Abréviations

CF	Colonne de Foisonnement
CFD	Computational Fluid Dynamic
Cmc	Concentration micellaire critique
DTS	Distribution de temps de séjour
ESR	Echangeur à Surface Raclée
Eff	Efficacité de foisonnement
GIA	Génie Industriel Alimentaire
G/L	Gaz/Liquide
HLB	Hydrophile Lipophile Balance
H/E	Huile dans Eau
IAA	Industries agroalimentaires
kDa	kilo Daltons
N	Vitesse de rotation (tr/min)
RS	Rotor-Stator
SMX	Mélangeurs statiques
SD	Ecart-type sur le diamètre des bulles (m)
Tw20	Tween 20
TA	Tensioactif
WPI	Whey Protein Isolate (isolat de protéines sériques)
XCG	Xanthane-Carraghénane-Guar

### Symboles grecs

$\alpha ; \beta$	Constantes
$\tau$	Contrainte de cisaillement (Pa)
$\dot{\gamma}$	Taux de cisaillement (s <sup>-1</sup> )
$\Gamma$	Excès de surface (mol/m <sup>2</sup> )
$\Gamma_{\infty}$	Excès de surface à l'équilibre (mol/m <sup>2</sup> )
$\varepsilon$	Fraction volumique de la phase dispersée (gaz)
$\varepsilon_{\text{entrée}}$	Fraction volumique maximale de la phase dispersée (gaz)
$\theta$	Angle de décalage entre les agitateurs (°)
$\delta$	Espacement entre les agitateurs (m)
$\Phi$	Taux de foisonnement
$\lambda$	Rapport des viscosités
$\eta_c$	Viscosité de la phase continue (Pa.s)



$\eta_d$	Viscosité de la phase dispersée (Pa.s)
$\gamma$	Tension de surface (N/m)
$\rho_L$	Masse volumique du liquide (kg/m <sup>3</sup> )
$\rho_m$	Masse volumique de la mousse (kg/m <sup>3</sup> )

### Caractères latins

D	Facteur de déformation
$D_a$	Diamètre du mobile d'agitation
$D_c$	Diamètre de la colonne
d	Diamètre d'une bulle (m)
$d_{moy}$	Diamètre moyen des bulles (m)
$d_{max}$	Diamètre maximal des bulles (m)
$d_i$	Diamètre initial de la bulle (m)
$d_{32}$	Diamètre moyen en surface ou diamètre de Sauter (m)
$e_{couette}$	Entrefer du système couette (m)
G	Débit volumique de gaz (m <sup>3</sup> /s)
$K_p$	Constante de puissance
$K_L$	Taux d'adsorption et désorption à l'équilibre (m <sup>3</sup> /mol ou %p/p)
$K_S$	Constante de gradient de cisaillement
L	Débit volumique de liquide (m <sup>3</sup> /s)
$L_e$	Longueur de l'élément
$n_e$	Nombre d'éléments
P	Puissance dissipée (W)
$R_i$	Rayon du cylindre interne (m)
T	Couple mesuré sur l'axe d'agitation (N.m)
$T_0$	Couple mesuré à vide (N.m)
$T_L$	Couple mesuré en présence de la matrice liquide (N.m)
$V_G$	Volume de gaz (m <sup>3</sup> )
$V_L$	Volume de liquide (m <sup>3</sup> )



## Introduction générale

Ce travail est dédié à l'étude de l'effet de la configuration des agitateurs sur la dispersion du gaz en vue d'obtenir un produit foisonné dans une colonne à faible entrefer. Nous avons mené cette étude à deux échelles. La première est l'échelle du procédé en utilisant un pilote de foisonnement où nous avons étudié l'influence des paramètres opératoires sur le taux de foisonnement et la distribution de tailles des bulles. La deuxième est l'échelle locale où nous cherchons à expliquer les résultats obtenus à l'échelle du procédé que ce soit par une approche expérimentale ou numérique. Par souci de clarté, nous avons décidé de présenter chaque partie de façon indépendante.

Dans le chapitre 1, après avoir mené une étude bibliographique, nous décrirons le matériel et les méthodes utilisées pour étudier l'influence des conditions opératoires. Nous présenterons ensuite l'effet de certaines conditions notamment le rapport du débit entre les phases ainsi que la vitesse d'agitation sur les paramètres clés du foisonnement à savoir l'efficacité, le diamètre moyen et la distribution de taille des bulles. Dans ce chapitre, nous nous intéressons également à l'influence de la nature du tensioactif sur ces paramètres.

Le chapitre 2 est dédié à une approche locale : nous exposerons une approche qualitative pour observer la déformation et la rupture des bulles dans les configurations utilisées dans le chapitre 1. De plus, un système couette sera utilisé pour obtenir des résultats quantitatifs concernant la déformation et la rupture des bulles. Une attention particulière sera apportée sur l'influence de la nature de tensioactif sur la déformation et la rupture.

Le chapitre 3 est consacré à une étude numérique de l'hydrodynamique dans la colonne de foisonnement en fonction de la configuration des agitateurs. L'objectif de ce chapitre est de montrer comment les résultats obtenus au premier et deuxième chapitre peuvent être liés à l'hydrodynamique du système.

## **Chapitre 1 : Echelle du procédé**

## **A- Synthèse bibliographique**

### **I. Généralités sur les mousses et le foisonnement**

#### **I. 1. Définitions**

Les mousses sont des systèmes présents dans la vie quotidienne mais de comportement remarquablement complexe, ce qui leur confère, suivant les cas, des propriétés paradoxales : utile ou indésirable, structurée ou désordonnée, fluide ou rigide. Une mousse se définit de façon générale comme une dispersion de gaz dans une phase condensée, souvent une phase aqueuse, mais qui peut être organique ou métallique, éventuellement solidifiée. Du fait de leur fort contenu en gaz, les mousses ont une très faible densité, ce qui ne les empêche pas d'être parfois remarquablement rigides (mousse chantilly, mousse à raser), voire complètement solides (mousses métalliques, polystyrène expansé) et le cas échéant, compressibles et même élastiques. Ainsi, on trouve des mousses aqueuses très rigides (par exemple dans le domaine des biomatériaux, des matériaux de construction, etc...), mais toutefois susceptibles de se déplacer facilement dans une conduite et de se comporter comme des fluides selon la contrainte appliquée (Salager et Choplin, 2008).

#### **I. 2. Importance industrielle des mousses**

On trouve des mousses dans de nombreux produits et dans divers domaines. Elles sont souvent recherchées dans l'agroalimentaire, l'hygiène et la santé, les produits nettoyants, les matériaux isolants (thermique, électrique ou acoustique). On les utilise dans des applications très spécialisées qui exigent des propriétés uniques comme la teinture des textiles, la décontamination (nucléaire ou autre), les boues de forage, les fluides extincteurs. Elles restent cependant indésirables, en particulier dans des procédés industriels comme la fabrication du papier, les fermentations, la distillation fractionnée et la plupart des opérations de mélange de produits. Il est donc important du point de vue pratique de savoir quand elles sont susceptibles d'exister et comment les stabiliser ou les rompre.

##### **I. 2. 1. Description d'une structure de mousse**

La description d'une mousse du point de vue géométrique n'est pas facile, car sa géométrie varie dans le temps et dans l'espace (Weaire and Hutzler, 1999). Elle évolue sous

l'action de la gravité, des forces capillaires et du déplacement relatif des fluides qui la composent. La mousse dépend de variables physiques comme la proportion de gaz et de liquide, leur différence de densité, la taille des bulles, la viscosité du liquide, la température et la pression. Elle dépend aussi des variables physico-chimiques ou interfaciales comme l'adsorption de surfactants, la tension superficielle, la rhéologie interfaciale, le comportement des films minces qui séparent les bulles, etc. Dans le domaine des mousses, on distingue d'une part, les mousses dites humides, qui contiennent une fraction volumique de liquide élevée (typiquement 5 % jusqu'à 30 % et même plus) et que l'on peut considérer comme des dispersions de gaz dans un liquide dans lesquelles les bulles sont essentiellement sphériques. D'autre part, les mousses dites sèches, qui contiennent très peu de liquide ( $\leq 2\%$ ) et dont les bulles séparées par des films minces sont des polyèdres. Celles-ci se comportent plus ou moins comme des solides, suivant la taille des bulles et les propriétés des films qui les séparent.

### **I. 2. 2. Produits foisonnés alimentaires**

Ce sont des aliments élaborés ayant de nombreuses qualités telles que la légèreté, la souplesse, la texture et la digestibilité (Campbell et Mougeot, 1999). On distingue généralement les mousses salées (à base de viande, de poisson, de foie de volaille, de légumes,...), les mousses sucrées (à base de produits laitiers, de confiserie, de pâtisserie,...) et les mousses acides (à base de yaourt, et de fruits,...). D'après Dickinson (1996) et Campbell et Mougeot (1999), ces mousses constituent un sous-ensemble des produits foisonnés ou aérés. Il existe, différentes catégories d'aliments aérés selon l'origine de la phase gaz incorporée.

La phase gaz peut être produite *in situ* :

- par voie chimique (utilisation des agents chimiques d'expansion de volume, décomposition du bicarbonate de sodium dans le soda, etc...) ;
- par voie biochimique (production du gaz carbonique par fermentation alcoolique, production du CO<sub>2</sub> au cours de panification et pétrissage,...) ;
- par traitement thermique : l'évaporation d'eau libre et liée (qui est intégrée aux structures) dans le cas des céréales soufflés, chips de pomme de terre, beignets ;
- par voie d'extrusion : l'eau sous forme de vapeur émerge du produit surchauffé sous pression dans l'extrudeuse pour donner naissance à des chips ou des produits de confiserie secs ;

- par détente via la vaporisation d'un gaz dissous (cornflakes,...) ;
- par génération de la vapeur lors de cuisson ou de friture.

A l'inverse, elle peut être *incorporée* :

- au cours d'une opération de mélange ou dispersion ;
- par battage ou fouettage des milieux faiblement ou moyennement visqueux (crème fouettée, blanc en neige,...) ;
- par injection d'air (crème glacée, autres produits confises) ou de CO<sub>2</sub> (boissons gazeuses).

Le foisonnement qui désigne une opération unitaire dans le génie industriel alimentaire (GIA) est connu également sous le nom d'aération, de fouettage ou de battage. Elle a pour objectif de disperser une phase gaz sous forme de fines bulles de diamètre moyen contrôlé dans une matrice liquide, semi-solide (pâteuse) ou solide. La matrice peut être une formulation aqueuse ou une émulsion, on parle alors d'émulsion foisonnée. Les aliments foisonnés sont très répandus et fréquemment présents dans la vie du consommateur. Les produits foisonnés ont connu un essor important à la fin du 20<sup>ème</sup> siècle, ce qui a incité les industriels de l'agroalimentaire à développer des produits innovants capables de répondre aux exigences et attentes des consommateurs. De plus, la phase dispersée dans ces produits est l'air, un ingrédient bon marché. L'incorporation d'une phase gaz dans une matrice alimentaire permet non seulement de diminuer la densité du produit fini, mais aussi de lui conférer une texture et une perception organoleptique agréable et une digestibilité appréciée par les consommateurs (Campbell et Mougeot, 1999, Thakur, 2004 ; Labbafi, 2006 ; Vial et al, 2006). Le tableau I.1 fournit une illustration de quelques produits foisonnés avec leurs caractéristiques en terme d'incorporation de gaz (ou taux de foisonnement) et du taux de vide.

Tableau. I.1. Exemples de produits foisonnés.

Produit foisonné	Nature de la matrice	Taux de foisonnement (%)	Taux de vide (%)	Références
Blanc d'oeuf en neige	Formulation	500 – 600	80 - 85	Campbell et Mougeot, 1999
Marshmallow	Formulation	200 – 300	68 – 75	Campbell et Mougeot, 1999
Crème glacée	Emulsion : H/E	10 – 100 100	- 50	Thakur (2004) ; Campbell et Mougeot, 1999
Fromage frais	Emulsion : H/E	5 – 20	-	Thakur (2004) ; Vial et al., 2006
Sauce blanche	Emulsion : H/E	> 30	-	Thakur (2004)
Crème chantilly ; topping	Emulsion : H/E	180 70 - 150	-	Labbafi (2006) ; Campbell et Mougeot, 1999
Meringue	Formulation	750 – 800	88-90	Campbell et Mougeot, 1999
Mousse de légumes et fruits	Emulsion : H/E	30 – 40	25 - 30	Campbell et Mougeot, 1999
Cake		200 – 250	68 - 72	Campbell et Mougeot, 1999
Sirop de glucose (fourrage biscuiterie)	Formulation	33 – 200	25-87	Souidi et al., 2012

Du point de vue physico-chimique, les formulations et les émulsions foisonnées sont des milieux multiphasiques à 2 voire 3 phases dispersées dans une phase continue. La phase continue est, en général, une émulsion qui peut être simple (huile dans eau H/E ou eau dans huile E/H) ou multiple (huile dans eau dans huile H/E/H ou eau dans huile dans eau E/H/E). La phase grasse dispersée est constituée de gouttelettes de l'ordre de 1  $\mu\text{m}$  de diamètre. La seconde phase est le gaz qui est dispersé sous forme de fines bulles. On notera également la présence éventuelle d'une troisième phase constituée par des cristaux de matière grasse, de glace, de sucre, etc. Les émulsions foisonnées sont donc des structures très hétérogènes qui appartiennent à la famille des colloïdes alimentaires multiples, puisqu'elles contiennent aussi des molécules adsorbées (agents tensioactifs, émulsifiants, moussants) aux interfaces eau-huile et eau-air (Thakur, 2004 ; Labbafi, 2006). La crème glacée est souvent considérée comme un produit foisonné complexe puisqu'elle renferme des cristaux de glace et de globules gras issus de la congélation (Labbafi, 2006). La stabilité de ces produits foisonnés est variable allant de quelques heures à quelques mois. Le facteur de déstabilisation est souvent lié à une altération microbiologique et physico-chimique (oxydation,...) plutôt qu'à la séparation de la phase gaz (drainage, coalescence,...).



### **I. 3. Complexité de l'opération de foisonnement**

L'élaboration des produits dispersés tels que les émulsions ou les mousses, nécessite une démarche précise pour introduire les ingrédients puis pour appliquer les traitements mécaniques. Le foisonnement d'émulsions alimentaires est une opération complexe en raison d'un couplage des processus de déstructuration et structuration. En effet, pour former un produit foisonné à partir d'une émulsion, il faut d'abord déstabiliser une microstructure (émulsion) pour permettre l'incorporation d'une nouvelle phase (gaz). Ensuite le produit formé (mousse) doit avoir une structure stable. La production d'une émulsion foisonnée peut se décomposer en deux étapes qui peuvent se dérouler simultanément ou successivement :

- la dispersion (ou mélange) qui consiste à générer par une action mécanique un système pseudo-homogène (mousse) à partir des deux phases : émulsion et le gaz. Il s'agit d'incorporer des bulles et de réduire progressivement leur taille par des ruptures successives.
- la stabilisation de la nouvelle microstructure obtenue via des processus colloïdaux des ingrédients et leurs interactions.

La réussite de l'opération de foisonnement est conditionnée par le rapport entre ces deux processus. En effet, l'obtention d'un produit foisonné stable implique l'obtention d'une phase dispersée sous forme de fines bulles. Sans l'action des molécules tensioactives pour abaisser la tension de surface et de stabiliser les interfaces gaz/liquide, la dispersion de gaz ne générera pas une structure de mousse, parce que le volume de gaz est trop important (formation de poches de gaz) et par conséquent les grosses bulles ne peuvent pas être piégées dans la phase continue. Cependant, une stabilisation trop rapide des interfaces par l'augmentation de la viscosité de la phase continue s'opposera aux effets dispersifs du mélange et donc à la dispersion. La complexité de l'opération du foisonnement résulte donc de la difficulté de contrôler ces deux processus à formulation donnée lors d'un changement des conditions opératoires. Cette difficulté est liée aux actions mécaniques à l'échelle du procédé, mais aussi à l'effet des propriétés de la phase continue.

### **I. 4. Impact des caractéristiques de la phase continue sur les propriétés de la mousse**

D'une manière générale, la composition de la phase continue (matrice) est complexe. Dans le cas des applications alimentaires, elle contient divers ingrédients tels que des protéines, des agents tensioactifs à faible poids moléculaire et des hydrocolloïdes

(épaississants, stabilisants,...). Les propriétés physico-chimiques et structurales de la matrice dépendent donc des interactions entre ces différents ingrédients. La phase continue (matrice) peut être une formulation sans matière grasse ou une émulsion.

#### **I. 4. 1. Effet des propriétés rhéologiques**

La viscosité de la phase continue est un paramètre important pour la conduite de l'opération de foisonnement. Balerin et al. (2007) ont étudié l'impact de la viscosité du fluide sur la dispersion du gaz et la distribution de taille des bulles. Les auteurs ont utilisé un fluide newtonien de viscosité variable (0,5 à 13 Pa.s). La vitesse de rotation ainsi que la viscosité de la matrice sont les principaux paramètres qui affectent la microstructure de la mousse. Selon les auteurs, l'augmentation de la viscosité rend la dispersion difficile dans l'intervalle du gradient du cisaillement testé. L'influence de l'élasticité de la phase continue a été peu étudiée, Mighri et al. (1998 et 2001) ont mis l'accent sur l'effet de l'élasticité de la matrice mais aussi de la phase dispersée sur la rupture des gouttelettes. A l'interface gaz-liquide, les espèces tensioactives peuvent également modifier la viscosité et l'élasticité interfaciale. Comme pour le cas des émulsions, la stabilité à long terme d'une mousse nécessite l'adjonction d'agents texturants. Leur fonction est d'augmenter la viscosité (agent viscosifiant) ou le caractère élastique (comme agent gélifiant) de la phase continue. Ces agents texturants sont en majorité des polysaccharides qui doivent être utilisés avec modération pour éviter les effets déstabilisants (à savoir l'incompatibilité avec certaines protéines) et favoriser le caractère épaississement du produit final (Dickinson, 1996 ; Syrbe et al., 1998).

#### **I. 4. 2. Importance de la présence des protéines et des surfactants**

La présence des surfactants est indispensable pour stabiliser une dispersion gaz liquide. En se plaçant à l'interface gaz-liquide, ces agents forment un film autour des bulles pour les stabiliser. Cette stabilité dépend non seulement de la mobilité et la flexibilité de ces molécules mais également de la cohésion du film interfacial. Ces agents sont des molécules tensioactives utilisées comme agents moussants (ou foisonnants). Ils abaissent la tension de surface qui quantifie le travail fourni pour augmenter d'une unité de surface l'aire interfaciale. Cette diminution permet de passer de 72 mN/m la tension de l'interface pure à de faible valeur dans le cas des solutions renfermant des tensioactifs. Il est à noter que le pouvoir moussant de ces molécules n'est pas uniquement lié à la valeur à l'équilibre de la tension

superficielle, mais aussi à la dynamique de migration de ces molécules aux interfaces représentée par une constante de vitesse (Kitabatke et Doi, 1982). Le processus d'adsorption de ces molécules aux interfaces diffère selon leur taille, leur flexibilité et leur hydrophobicité de surface (Bos et Van Vliet, 2001). D'après Cuvelier et Michon (2003), un pouvoir moussant important est induit par une migration rapide des molécules à l'interface.

Il existe deux grands groupes de tensioactifs selon leur nature et leur mode d'action. On distingue les grosses molécules telles que les protéines et des molécules de faible poids moléculaire comme le Tween 20 ou 80.

Les protéines sont des biopolymères amphiphiles de fort poids moléculaire ( $> 10$  kDa) souvent utilisées dans les préparations alimentaires pour leur qualité nutritionnelle et leurs propriétés techno-fonctionnelles. Elles sont constituées d'un enchainement linéaire d'acides aminés qui s'arrangent pour donner une structure spatiale complexe. Les protéines peuvent se trouver sous une structure primaire qui est caractérisée par une liaison peptidique covalente entre un groupe carboxyle et une fonction amine. Le repliement de la structure primaire sur elle-même grâce à des liaisons hydrogène forme la structure secondaire. Les structures ainsi obtenues peuvent être hélicoïdales, en feuillets plissés ou en coude. Des interactions faibles ou fortes peuvent avoir lieu entre plusieurs résidus des structures secondaires constituant ainsi la structure tertiaire. D'après Cayot et Lorient (1998), Rodríguez Patino et al. (1999) ou encore Bos et Van Vliet (2001), le processus de l'adsorption des protéines peut être décomposé en différents phases :

- la diffusion aux interfaces ;
- l'ancrage et le dépliement des protéines ;
- la formation d'une monocouche ;
- la réorganisation en surface par changement de conformation et apparition de couches supplémentaires.

Par contre, les surfactants ayant un faible poids moléculaire (1 à 2 kDa) s'adsorbent rapidement aux interfaces gaz-liquide et abaissent drastiquement la tension de surface. Ils sont moins utilisés que les protéines dans le domaine alimentaire. Ces agents présentent une structure relativement simple avec une tête polaire et une queue apolaire. L'aptitude d'un surfactant à stabiliser l'interface est liée à sa solubilité et son partage dans chaque phase. Cette solubilité est quantifiée par un indice de balance hydrophile-lipophile (HLB) qui permet d'estimer l'hydrophobicité de la molécule en tenant compte des masses moléculaires

respectives des parties hydrophiles et hydrophobes. Selon Bos et Van Vliet (2001), l'indice HLB ( $1 \leq \text{HLB} \leq 20$ ) peut être donné par la relation suivante :

$$\text{HLB} = 7 + \Sigma \text{ nombre de groupes hydrophiles} - \Sigma \text{ nombre de groupes hydrophobes} \quad (\text{I. 1})$$

En pratique, ce paramètre est défini comme un rapport massique moléculaire :

$$\text{HLB} = (\text{masse de la partie hydrophile} / \text{masse totale}) \times 20 \quad (\text{I. 2})$$

Plus le HLB est faible, plus le surfactant est hydrophobe et vice-versa. L'adsorption du surfactant intervient lorsque le pôle hydrophile de la molécule s'oriente vers la phase polaire (souvent la phase continue) alors que la queue hydrophobe se place du côté de la phase apolaire (gaz par exemple) (Bos et Van Vliet, 2001 ; Pugnali et al., 2004).

En résumé, la stabilité des interfaces peut être favorisée par l'existence de mécanismes permettant de ralentir ou inhiber les phénomènes de déstabilisation. Dans le cas d'adsorption des protéines, il s'agit de la viscoélasticité de surface qui reflète la cohésion du film interfacial, sa résistance et sa capacité de rétablir sa structure initiale. Tandis que dans le cas des tensioactifs de faible poids moléculaire, la stabilité du film interfacial est liée à la mobilité de ces molécules. La présence simultanée de différents types de tensioactifs (Fig. I. 1) peut être une source de déstabilisation de l'émulsion mais aussi de la mousse. Si ce phénomène est rarement observé dans le cas de mélange de protéines, il est fréquent lorsque les protéines et les surfactants de faible poids moléculaire sont en compétition aux interfaces (Courthaudon et al., 1991a et 1991b; Wilde, 2000 ; Bos et van Vliet, 2001). Pour contrôler l'adsorption compétitive, les émulsifiants utilisés sont souvent liposolubles.

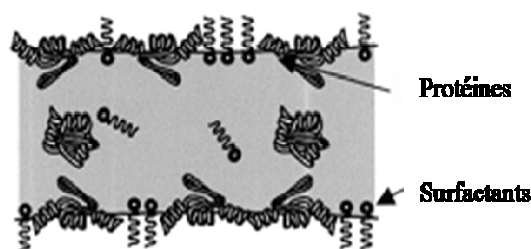


Fig. I. 1. Adsorption des agents de surface aux interfaces (Wilde, 2000)

## II. Procédé du foisonnement : Equipements et appareillages

Pour une formulation de propriétés physico-chimiques et rhéologiques données, nous nous intéressons dans cette section à l'influence des paramètres du procédé sur le foisonnement.

### II. 1. Caractérisation du produit foisonné

Comme tout autre produit alimentaire, les produits foisonnés doivent être caractérisés par un certain nombre de critères de qualité tant sur le plan nutritionnel que fonctionnel. Du point de vue des propriétés microstructurales, il est essentiel de disposer des moyens de caractérisation des mousses afin de décrire et suivre l'évolution de leur microstructure quelque soit les conditions opératoires. Différents paramètres et mesures existent dans la littérature pour caractériser les mousses, nous en citerons un certain nombre utilisé dans notre cas.

#### II. 1. 1. Quantité d'air incorporé

Pour une mousse, la quantité d'air incorporé dans la matrice est un paramètre primordial. Cette quantité peut être caractérisée de plusieurs façons. Le taux de foisonnement ( $\Phi$ ) ou « overrun » est donné par l'expression suivante:

$$\Phi = V_G/V_L \quad (\text{I. 3})$$

Où  $V_G$  et  $V_L$  sont respectivement le volume de gaz et le volume de liquide.

Un paramètre plus objectif pour déterminer la quantité d'air incorporé est la fraction volumique du gaz  $\varepsilon$  ( $0 \leq \varepsilon \leq 100\%$ ) appelé également la fraction du vide :

$$\varepsilon = V_G/(V_G + V_L) \quad (\text{I. 4})$$

Elle correspond au rapport du volume occupé par le gaz ( $V_G$ ) au volume total ( $V_L + V_G$ ) du produit foisonné (Campbell et Mougeot, 1999). Fraction volumique de gaz et taux de foisonnement sont reliées par les relations suivantes:

$$\varepsilon = \Phi/(1 + \Phi) \quad (\text{I. 5})$$

$$\Phi = \varepsilon/(1 - \varepsilon) \quad (\text{I. 6})$$

## **II. 1. 2. Distribution de la taille des bulles de gaz**

La répartition et la distribution de la taille des bulles ainsi que leurs morphologies peuvent être très variables en fonction des contraintes de cisaillement mais aussi en fonction de la fraction volumique du gaz incorporé. En effet, dans le cas des mousses humides (faible valeur de  $\varepsilon$ ), les bulles sont sphériques, alors que dans les mousses sèches ( $\varepsilon$  très élevée), les bulles sont sous forme polyédriques. En général, deux paramètres sont utilisés pour décrire l'état des bulles dans le produit foisonné :

- le diamètre moyen en surface (diamètre de Sauter);
- la largeur de la distribution de la taille des bulles.

Le diamètre moyen affecte l'aspect visuel du produit, car dans certains produits foisonnés commerciaux (mousse au chocolat par exemple), les bulles doivent être visibles et dans d'autres cas, les bulles doivent être de faible taille. De même, la distribution de la taille des bulles conditionne l'uniformité du produit mais elle peut modifier sa texture et ses propriétés rhéologiques.

## **II. 1. 3. Caractérisation de la texture d'une mousse**

La texture des produits foisonnés est souvent déterminée par des méthodes de pénétrométrie ou de rhéologie de cisaillement oscillatoire. De ce fait, la caractérisation rhéologique des mousses est loin d'être triviale, principalement en raison de leur stabilité temporelle relativement limitée. Il convient en fait de restreindre cette caractérisation à la période qui suit immédiatement la formation de la mousse, période au cours de laquelle les changements ne sont pas trop significatifs.

La texture d'une mousse dépend à la fois de :

- la texture de la matrice dictée à son tour par les interactions entre les ingrédients qui la constituent ;
- la manière dont les bulles se piègent dans la microstructure de la matrice. Il y a établissement d'un réseau de protéines, de polysaccharides voire aussi de globules gras autour des bulles (Dickinson, 1998) ;
- le taux de foisonnement et le diamètre des bulles.

## **II. 2. Conduite de l'opération de foisonnement**

Pour former une mousse à faible taux de foisonnement, un battage manuel est souvent suffisant. Par contre, une agitation mécanique vigoureuse est indispensable pour obtenir une mousse abondante et persistante. Dans cette partie, nous nous intéressons aux dispositifs mettant en jeu une agitation mécanique. D'une manière générale, les systèmes rotatifs sont les plus répandus pour produire des mousses et on distingue la production en mode discontinu et en continu.

### **II. 2. 1. Procédés discontinus (ou batch)**

Le foisonnement en batch consiste à placer une quantité donnée de la phase continue dans un récipient ouvert à pression atmosphérique ou dans une cuve fermée de volume donné. Elle est ensuite fouettée en injectant du gaz ou en l'aspirant du ciel jusqu'à l'obtention du taux de foisonnement souvent maximal. Par contre, le débit d'air n'est en général pas maîtrisé et la quantité d'air incorporé difficile à contrôler (Bimbenet et Trystram, 1992). Les paramètres opératoires dans ce type d'opération sont la durée de battage et la vitesse de fouettage. Les travaux de Van Aken (2001) ont montré qu'il y'a une vitesse optimale de la production de mousse en discontinu. L'augmentation de la vitesse d'agitation accélère la formation de mousse jusqu'à ce qu'il se produise des phénomènes de déstabilisation par drainage et coalescence des bulles d'air. La réussite de cette opération dépend du savoir-faire de l'opérateur. L'inconvénient majeur est le risque de contamination microbiologique pendant la préparation du produit. On trouve des appareils simples pour élaborer des produits facilement moussants (blanc d'œufs, crème) tels que le batteur électrique ménager, le robot-mixer qui peuvent mettre en œuvre des mobiles axiaux, excentrés ou planétaires mais aussi leurs homologues industrielles permettant de produire des quantités relativement importantes.

### **II. 2. 2. Procédés continus**

Généralement, les appareils les plus performants sont ceux équipés d'une injection continue du liquide et du gaz permettant de contrôler les débits, la pression, la température et la vitesse d'agitation. A l'échelle industrielle, l'opération de foisonnement est conduite à l'aide de deux principaux équipements : l'échangeur à surface raclée (ESR) et le système rotor-stator à dents (RS).

### II.2.2.1. Echangeurs à surfaces raclées (ESRs)

Ces appareils sont apparus dans les années 30 pour la congélation appropriée de crème glacée après l'incorporation du gaz. Les ESRs sont employés lorsque foisonnement est couplé à une opération de chauffage (cuisson) ou refroidissement (congélation). Il est également très utilisé pour le chauffage ou le refroidissement des fluides visqueux dans l'industrie chimique. L'utilisation des ESRs comme foisonneurs industriels demeure restreinte par rapport aux dispositifs RS à dents, bien que leur capacité à produire des émulsions foisonnées ait été testée dans de nombreux cas: l'élaboration de mousses de viande et de poisson (González-Méndez, 1990), de fruits et légumes ou de desserts lactés de type « topping » (Bouaouina, 2005 ; Labbafi, 2006).

L'ESR est constitué de deux tubes coaxiaux (Fig. I. 2), le produit à traiter s'écoule dans le tube intérieur qui est mécaniquement agité par un rotor axial muni d'un certain nombre de lames. Le fluide caloporteur (froid ou chaud) circule à co- ou à contre-courant dans l'espace annulaire entre les deux tubes. L'ensemble est souvent entouré par un troisième tube en matériau isolant pour limiter les dissipations thermiques.

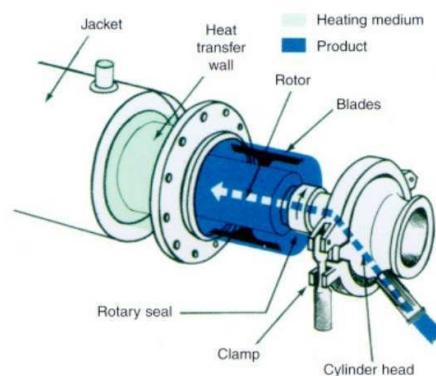


Fig. I. 2. Schéma de principe d'un ESR (Labbafi, 2006)

Les lames permettent un renouvellement continu du fluide en raclant la paroi et évitent l'encrassement du matériau qui peut réduire l'efficacité du transfert thermique. Ces échangeurs sont relativement flexibles mais ils ont une géométrie complexe et sont donc assez coûteux et encombrants. Les vitesses de rotation utilisées sont souvent faibles parce que d'une part, les fluides utilisés sont généralement visqueux et d'autre part pour limiter la dissipation induite par les pales racleuses.

L'hydrodynamique des ESRs est très complexe : l'écoulement est modifié par la présence des lames racleuses qui font apparaître différents types d'écoulement. Dumont et al.



(2000) ont proposé de décomposer l'écoulement en régime laminaire des fluides visqueux dans les ESRs comme la superposition d'un écoulement de Couette et de Poiseuille. Les ESRs génèrent des gradients de vitesses au voisinage de la paroi ou entre lames et paroi de l'ordre de  $40000\text{ s}^{-1}$  contre un gradient moyen en absence de lames vers  $500\text{ s}^{-1}$  (Dumont et al., 2000 ; Mabit et al 2003).

#### II.2.2.2. Systèmes Rotor-Stator à dents (RS)

Il est considéré comme le pionnier des systèmes mécaniques rotatifs à faible entrefer. La distance entre la partie immobile (stator) et celle mobile (rotor) est très faible par rapport à la dimension du stator. Le système utilisé dans l'opération du foisonnement est un rotor-stator équipé de dents. A grande échelle, on distingue les systèmes radiaux (Fig. I.3a) qui sont généralement employés dans l'émulsification en continu de ceux axiaux (Fig. I. 3b) qui sont plutôt utilisés en préférence dans le foisonnement continu.

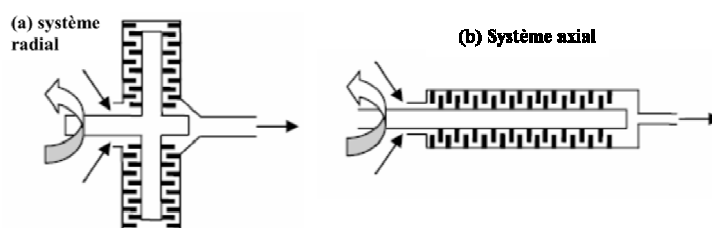


Fig. I. 3. Schéma de principe des systèmes RS (a) radiaux et (b) axiaux (Labbafi, 2006 ; Narchi, 2008)

Tout comme les ESRs, la géométrie du RS est complexe. Les paramètres géométriques du système RS sont nombreux : les diamètres du rotor et du stator, le nombre de rangées de dents, le nombre de dents par rangée, les dimensions des dents, la distance axiale entre les rangées de dents. Ces systèmes sont utilisés dans l'agro-alimentaire, le textile, l'industrie chimique etc . Dans le domaine du textile, la production de mousses sèches est opérée dans ces systèmes (Kroezen et al., 1987, 1988). Dans l'alimentaire, les RS ont été étudiés pour la dispersion de gaz dans des formulations simples (Hanselmann et Windhab, 1999 ; Müller-Fischer et al 2005) ou pour la préparation d'émulsions foisonnées (Bouaouina et al., 2005 ; Labbafi et al. 2005).

D'un point de vue qualitatif, la force motrice du foisonnement est la puissance dissipée par l'agitation. Vu leur faible volume utile, les RS dissipent une quantité élevée d'énergie dont seule une petite fraction est réellement utile à la dispersion du gaz, ce qui peut générer un échauffement de la matrice. Du point de vue performance du procédé de foisonnement, le système RS est performant dans la dispersion du gaz en régime laminaire (Kroezen et al,

1988). Lors de l'opération du foisonnement dans les systèmes RS, le temps de séjour est usuellement plus court que dans le cas des ESRs ce qui rend parfois difficile la reproductibilité de l'opération dans le cas de matières premières difficilement foisonnables. Suivant les modèles du RS, il est possible d'accroître la vitesse de rotation jusqu'à 2000 tr/min et donc obtenir des gradients de cisaillement maximaux pour obtenir des bulles de petite taille. A cause de leurs gradients de cisaillement élevés, ces systèmes sont relativement coûteux en fonctionnement.

### II.2.2.3. Colonne de foisonnement (CF)

Il s'agit d'un système rotatif mécaniquement agité à faible entrefer, où la distance entre la partie statique (ou stator) et la partie mobile (ou rotor) est faible devant la dimension du stator. Ce système peut être équipé de différents type d'agitateurs. Il a été décrit et utilisé, pour la première fois, par Djelveh et al. (1998) pour analyser les aspects fondamentaux du procédé de foisonnement (Fig. I. 4). Il a fait l'objet de nombreux travaux de recherche dans le laboratoire. Il a notamment été employé pour le foisonnement d'une formulation du type fromage frais, de type crème glacée, viande (Thakur, 2004 ; Vial et al., 2006) et de type « topping » (Labbafi, 2006), ou simplement sur des formulations modèles (Narchi, 2008).

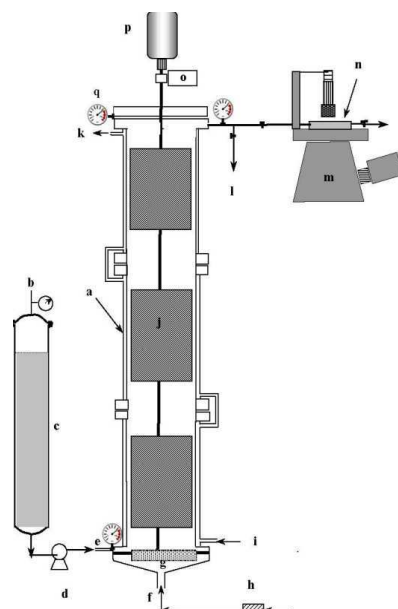


Fig. I. 4. Schéma de la colonne du foisonnement (Djelveh et al., 1998).

D'un point de vue technologique, la CF est constituée de deux tubes coaxiaux similaire à l'ESR mais sans pales racleuses,. La partie mobile (cylindre ou agitateurs) est reliée à un moteur qui permet de faire varier la vitesse de rotation. La phase continue et la

phase dispersée (gaz, air) sont injectées à co-courant. Un fluide circule également à co- ou à contre-courant dans la double enveloppe pour contrôler l'échange thermique ce qui permet de coupler le foisonnement à un traitement thermique (congélation ou cuisson). Les paramètres de contrôle de l'opération du foisonnement dans le CF sont : la température d'entrée de la phase continue, les débits gaz/liquide, la vitesse d'agitation, la pression appliquée en tête de la colonne.

D'un point de vue hydrodynamique, pour un fluide visqueux quel que soit le comportement rhéologique du fluide (newtonien ou pas), le régime d'écoulement reste laminaire (Thakur et al., 2004) Le comportement en écoulement du système CF a été étudié par distribution de temps de séjour (DTS) en l'absence de gaz (Thakur et al., 2003a). Il est caractérisé par l'apparition de retro-mélange important (back-mixing) par l'augmentation de la dispersion axiale ce qui est favorable du point de vue foisonnement. L'entrefer joue alors un rôle clé sur l'efficacité du foisonnement: plus l'entrefer est petit, plus les forces visqueuses sont importantes, favorisant ainsi la division des bulles. (Djelveh et al., 1998).

En conclusion, la colonne de foisonnement à faible entrefer est très flexible et peut être adaptée à différentes applications. CF permet, grâce à son analogie avec les ESRs, de conduire simultanément le foisonnement et un traitement thermique. En revanche, l'hydrodynamique dans le système CF est plus simple que dans les ESRs ce qui rend ce système plus facile à extrapoler à l'échelle industrielle.

### **II. 2. 3. Comparaisons de performances entre CF et RS**

Narchi et al. (2011) ont présenté une étude comparative concernant l'effet du type de foisonneur (CF et RS) sur le foisonnement des milieux modèles newtoniens à base de sirop de glucose en présence des protéines sériques. Pour la CF, la dispersion est réalisée par une agitation mécanique à l'aide des pales droites de 33 mm de diamètre et de 65 mm de hauteur. Pour un même temps de séjour et à faible vitesse de rotation, le gaz a été totalement incorporé pour les deux foisonneurs CF et RS. La consommation énergétique est en revanche plus importante pour CF. A de fortes vitesses de rotation, la colonne équipée par les pales s'est avérée moins efficace que le RS. Pour ce qui est du diamètre et de la distribution de taille des bulles, les auteurs ont montré que les bulles étaient toujours plus petites pour la CF que pour le RS. La distribution reste monomodale dans les deux cas quelque soit la vitesse de rotation.

Dans le cas de milieux non newtoniens tels que les sauces blanches (Labbafi et al., 2005 et 2006) et newtoniens (Narchi et al. 2011), la CF muni d'agitateur à pales droites s'est montrée plus efficace que le RS quelles que soient les vitesses d'agitations. De plus, d'après leurs résultats, la vitesse d'agitation a une influence plus marquée sur le diamètre moyen de Sauter ( $d_{32}$ ) avec la colonne de foisonnement CF que RS.

#### II. 2. 4. Effet de l'agitateur dans la CF

L'effet de la géométrie de l'agitateur dans la colonne à faible entrefer CF pour la production de mousse en continu a également fait l'objet d'étude par Thakur et al. (2003a). Les auteurs ont utilisé deux types de configurations d'agitateurs (Fig. I. 5) pour étudier le foisonnement d'une émulsion modèle. IM1 et IM2 occupent respectivement 7% et 42% du volume interne de la colonne de foisonnement (CF).

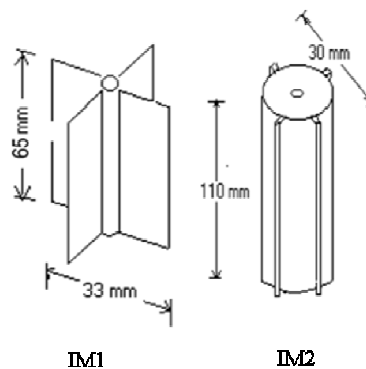


Fig. I. 5. Configuration des agitateurs (Thakur et al., 2003a)

Les auteurs ont rapporté que la configuration présentant un faible encombrement est plus efficace pour le foisonnement. IM1 favorise donc la circulation du mélange entre les pales du même agitateur et permet l'incorporation d'une plus grande quantité du gaz en réduisant en même temps le phénomène de la coalescence. De plus la figure I. 6 issue de leurs travaux montre que le diamètre moyen de Sauter ( $d_{32}$ ) des bulles en fonction de la vitesse de rotation est supérieur dans le cas de la configuration IM2 par rapport à IM1.

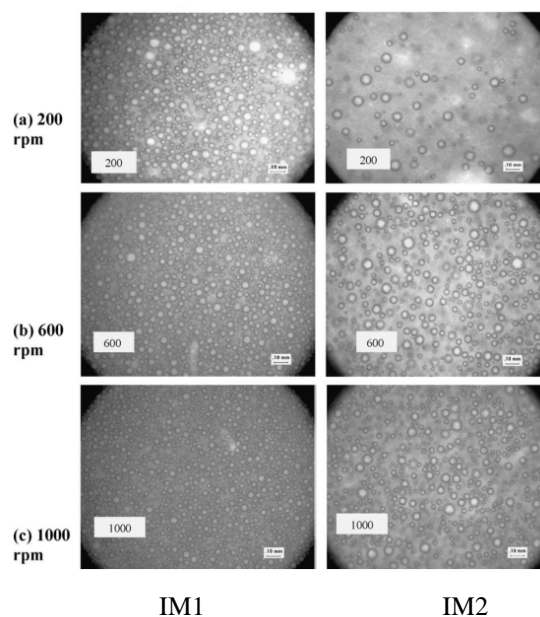


Fig. I. 6. Influence de la configuration des agitateurs et la vitesse de rotation sur la microstructure de la mousse (Thakur et al, 2003a)

### III. Conclusion

On retiendra que les produits foisonnés considérés comme « produits allégés » constituent sans doute un champ d'application prometteur pour les industries agroalimentaires (IAA). Ce sont des produits légers, homogènes et de bonne texture. On notera également que la réussite de l'opération de foisonnement passe par la maîtrise de la composition de la phase continue (liquide, semi-solide) mais également celle de la technologie pour la dispersion du gaz.

Les travaux effectués au sein de l'axe GePEB (Génie des Procédés Energétique et Biosystèmes) de l'Institut Pascal (anciennement Laboratoire de Génie Chimique et Biochimique jusqu'au 1<sup>er</sup> Janvier 2012) et plus particulièrement dans le cadre des travaux de thèses de Thakur (2004) et de Labbafi (2006), ont mis l'accent sur l'effet combiné des paramètres opératoires de la formulation et du procédé sur le foisonnement en continu des émulsions alimentaires. Ces travaux ont permis d'élaborer divers produits complexes (crème glacé, sauce blanche,...) répondants aux critères de stabilité et de qualité en terme de taux de gaz, diamètre moyen et la distribution des bulles. Pour conduire l'opération de foisonnement, divers technologies sont utilisées. Il s'agit d'échangeur à surface raclée ESRs, d'unité rotor-stator RS à dents et d'une colonne muni de pales planes à faible entrefer CF. La technologie joue un rôle clé sur la dispersion et la stabilisation du gaz. En effet, l'efficacité de

foisonnement aux mêmes conditions opératoires, voire au même temps de séjour n'est pas la même selon que l'on utilise un des trois dispositifs cités plus haut. Cependant la colonne de foisonnement CF présente non seulement une conception simple, elle est en générale également moins énergivore que les deux systèmes ESR et RS. Si ce dispositif a fait l'objet de plusieurs travaux pour étudier l'effet de la formulation sur le foisonnement, peu de travaux ont été engagé pour étudier l'effet de la configuration des agitateurs sur l'efficacité de cette opération. Le but de ce chapitre est de comprendre, à travers une approche à l'échelle du procédé, comment la configuration des agitateurs affecte l'efficacité du foisonnement en continu (taux de foisonnement, taille et la distribution de taille des bulles) en utilisant une formulation modèle.

## B- Matériels & Méthodes

### IV. Composition et préparation de la matière première

#### IV. 1. Sirop de glucose

Une solution à base de sirop de glucose déshydraté (Glucidex IT21, Roquette Frères, France) a été utilisée comme milieu modèle pour l'opération du foisonnement. La quantité de poudre de glucose déshydraté dans l'eau est ajustée (60 à 64% mq.) pour avoir une viscosité désirée. Le sirop de glucose déshydraté a toujours été ajouté après la solubilisation de l'ensemble des autres ingrédients (protéines sériques, Tween 20,...) dans l'eau. Les caractéristiques du sirop de glucose déshydraté sont reportées dans le tableau I. 2.

Tableau I. 2. Caractéristiques du sirop de glucose déshydraté (d'après Narchi, 2008).

Spécifications	Glucidex IT21
Dextrose équivalent	20 – 23
D-glucose	≈ 3 %
Disaccharides	≈ 7 %
Polysaccharides longs	≈ 90 %

Le sirop de glucose choisi contient un faible taux en dextrose équivalent ce qui lui confère un pouvoir viscosifiant important. D'autre part, le pourcentage élevé en polysaccharides à chaînes longues dans le Glucidex IT21 favorise une meilleure solubilité de la poudre.

#### IV. 2. Agents tensioactifs

Les propriétés de surface de la matrice ont été modifiées par l'ajout de 2% mq. des agents de surface :

- Isolat de protéines de lactosérum (WPI) : l'ingrédient commercial utilisé dans cette étude est le Protarmor 865 et 80 (Armor Protéines, France). Ces protéines de valeur nutritionnelle importante, sont supposées dépourvues de lactose et de matière grasse. Le WPI renferme 85% de matière protéique qui contient 75% de  $\beta$ -lactoglobuline, 6% d' $\alpha$ -lactalbumine et le reste sous forme de BSA et d'immunoglobulines. Il est utilisé comme agent moussant en formant des mousses abondantes et stables. L'aptitude au foisonnement est souvent attribuée à la formation des films cohésifs aux interfaces eau-air.

- Tween 20 (Sigma-Aldrich Co., Chemie GmbH, Germany) est le nom commercial du polyoxyéthylène sorbitane monolaurate. C'est un agent de surface non ionique à base d'esters d'acide gras aliphatiques, ayant un HLB de 16,7 et il est généralement compatible avec les autres tensioactifs (Samanta et Ghosh, 2011). Dans le domaine alimentaire, il est utilisé notamment dans les crèmes glacés. Le Tween 20 est connu pour former des mousses sèches et permet de stabiliser les interfaces par des forces stériques (Samanta et Ghosh, 2011).

### IV. 3. Préparation du milieu modèle

Le milieu modèle a été préparé sous vide et à température ambiante dans un mélangeur ménager de type Stephan UMC 5 (*Sympak Group*, Germany) d'un volume utile de 2,5 L. Une fois préparée, la formulation est conservée pendant 24h ou 48h pour favoriser le dégazage et l'hydratation des protéines. De plus cette période de conservation permet le développement des éventuelles interactions entre les protéines et les polysaccharides.

### IV. 4. Dispositif du foisonnement en continu

L'opération de foisonnement a été effectuée dans la colonne de foisonnement (CF) décrite précédemment. C'est une colonne en acier inoxydable constituée de 3 étages qui peuvent fonctionner ensemble ou séparément. Ses caractéristiques géométriques sont résumées dans le tableau I. 3.

Tableau I. 3. Caractéristiques du système de foisonnement

Paramètres	Colonne de foisonnement (CF)
Compartiments (ou étages)	1 et 3
Diamètre du stator	35 mm
Hauteur total	140 et 420 mm
Volume utile	125 et 375 mL
Types d'agitateurs	à pales droites
Nombre d'agitateurs	7 et 21
Diamètre d'agitateur ( $D_a$ )	33 mm
Hauteur d'agitateur	10 mm
Largeur d'agitateur	1 mm
Entrefer entre pales et paroi	1 mm



Dans notre cas, le foisonnement a été réalisé en utilisant un ou trois étages dans le dispositif (Fig. I. 7a). L'opération de foisonnement est conduite à pression atmosphérique et à température constante (20°C) à l'aide d'eau glycolée circulant dans une double enveloppe autour de la colonne. La dispersion du gaz est réalisée par une agitation mécanique dans la colonne à l'aide d'un arbre d'agitation muni de 7 agitateurs à pales droites de 33 mm de diamètre et de 10 mm de hauteur (Fig. I. 7b).

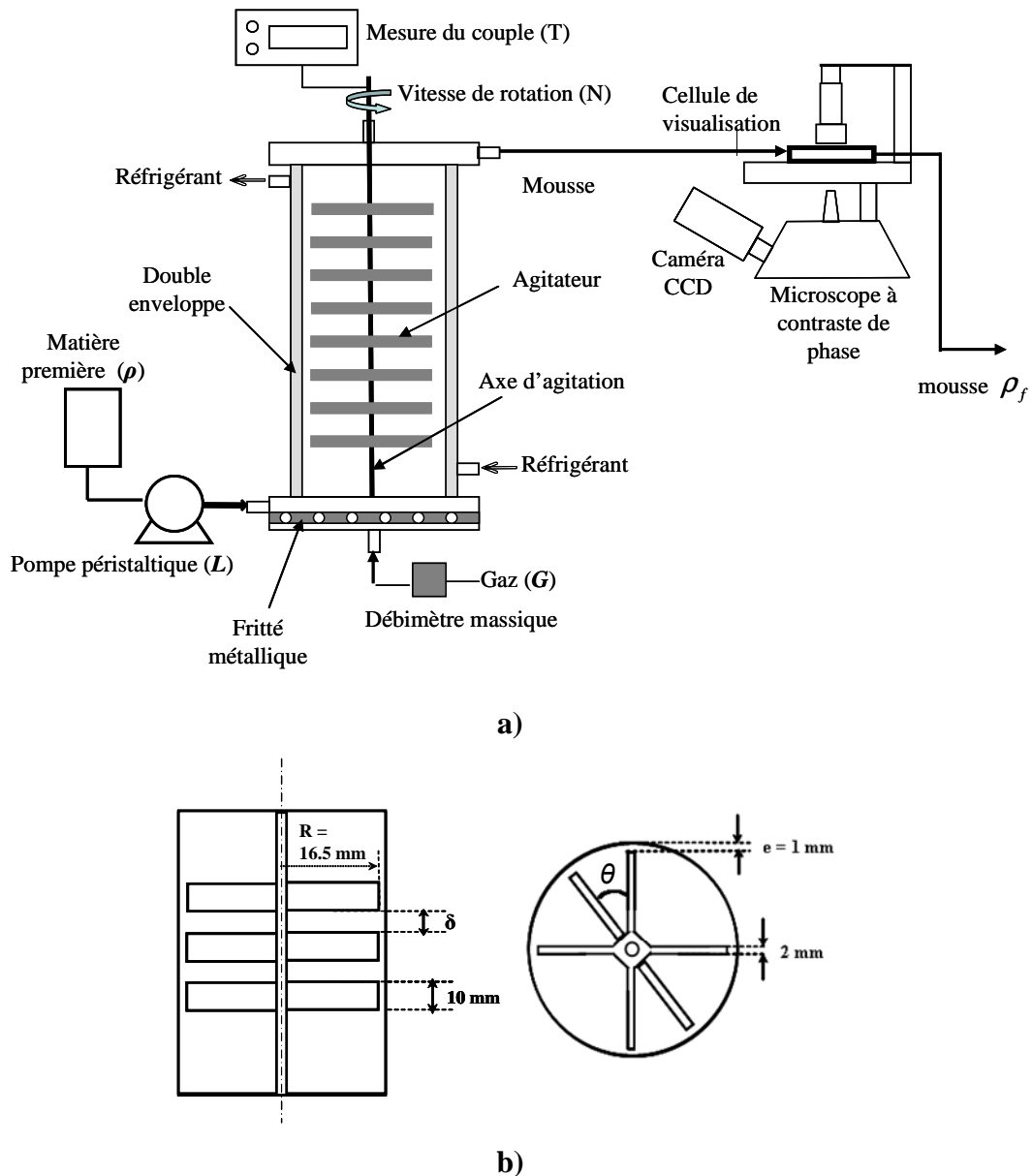
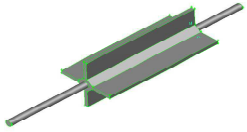
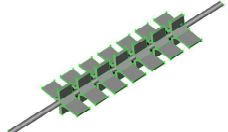
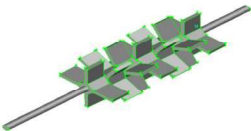
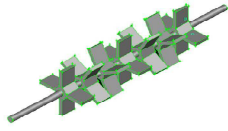


Fig. I. 7. (a) : Schéma détaillé de la colonne de foisonnement et (b) : Vue de face et de dessus de l'agitateur

La configuration des agitateurs est modifiée en faisant varier l'espacement ( $\delta$ ) et l'angle ( $\theta$ ) entre deux agitateurs successifs. Les différentes configurations qui ont fait l'objet de l'étude sont schématisées dans le tableau I. 4.

Les deux phases (gaz et liquide) sont introduites séparément à co-courant en bas de la colonne à l'aide respectivement d'un débitmètre massique (*Brooks Instr. Co.*, USA) et une pompe péristaltique (*Cole-Parmer Instr. Co.*, USA). Le gaz traverse un fritté métallique ayant des pores de diamètre moyen de 20  $\mu\text{m}$ . La vitesse d'agitation ( $N$ ) varie entre 200 et 1600 tr/min à l'aide d'un moteur IK LaborTechnik RE-16, tandis que la mesure du couple ( $T$ ) résistant sur l'axe de rotation est obtenu en utilisant une jauge de contrainte IK MR-D1 (*Ika-Werke GmbH*, Germany). Le régime permanent est supposé atteint lorsque la valeur du couple et la densité de la mousse produite restent constante au cours du temps. En pratique, ce temps correspond à environ 5 fois le temps de séjour dans la colonne

Tableau I. 4. Différentes configurations d'agitateur

<i>Configuration</i>	<i>Compacte</i> ( $\delta = 0 \text{ mm}$ )	<i>Espacée</i> ( $\delta = 5 \text{ mm}$ )
<i>Alignée</i> ( $\theta = 0^\circ$ )		
<i>Décalée</i> ( $\theta = 30^\circ$ )		

## V. Caractérisation de la matrice modèle

### V. 1. Détermination de la densité

La matrice modèle est caractérisée par sa masse volumique ( $\rho_L$ ) par simple pesage manuel : un cristalliseur de 25 mL est rempli par la formulation, arasé, puis pesé. La masse volumique correspond au rapport du poids de l'échantillon sur le volume de cristalliseur. Ces mesures sont répétées 3 fois pour déterminer une valeur moyenne et un écart-type. La masse volumique de la matrice liquide est de 1280 kg/m<sup>3</sup>.

### V. 2. Caractérisation rhéologique

La matrice modèle est caractérisée en termes de ses propriétés rhéologiques en mode d'écoulement à l'aide d'un rhéomètre à contrainte imposée (*AR G2, TA Instrument*, USA). Le rhéomètre est équipé d'une géométrie plan-plan non rugueuse de 40 mm de diamètre et d'un système Peltier pour contrôler la température (Fig. I. 8). L'entrefer entre la partie mobile et

celle immobile est fixé à 0,5 ou 1 mm. La viscosité de la phase continue ( $\eta_c$ ) est déterminée dans une gamme de taux de cisaillement entre 0,1 - 3000 s<sup>-1</sup>.



Fig. I. 8. Schéma du rhéomètre avec un module plan-plan

### V. 3. Détermination de la tension de surface

La tension de surface de la matrice modèle ( $\gamma$ ) est mesurée à l'aide d'un tensiomètre K12 (Krüss, GmbH, Germany) utilisant la méthode de la lame de Wilhelmy et pendant des temps assez longs pour atteindre l'équilibre. La mesure est effectuée à température constante et sans dilution de l'échantillon. La lame en platine de périmètre défini fixée à un détecteur de force est amenée vers la surface jusqu'à ce que le ménisque réagisse (Fig. I. 9). A partir de cette force orientée, on détermine la tension de surface. La lame et le cristalliseur ne peuvent être utilisés efficacement qu'après un nettoyage parfait par exemple par flambage au feu.



Fig. I. 9. Schéma de principe de la méthode de mesure de la tension de surface

## VI. Caractérisation du produit foisonné

Pour caractériser la quantité d'air incorporé dans la matrice nous avons choisi d'utiliser la fraction volumique de gaz  $\varepsilon$ . Elle peut également s'exprimer à partir des masses volumiques du liquide ( $\rho_L$ ) et de la mousse ( $\rho_m$ ) :

$$\varepsilon = V_G/(V_G + V_L) = (\rho_L - \rho_m)/\rho_L \quad (\text{I. 7})$$

La masse volumique de la mousse a été déterminée par le rapport de la masse de la mousse à la sortie de la colonne sur le volume d'un cristalliseur (volume 25 mL). Pour chaque condition opératoire, la masse volumique de la mousse est mesurée 3 fois.

Lorsque l'opération de foisonnement est conduite en régime permanent, la fraction volumique maximum du gaz (ou à l'entrée de la colonne) est donnée par la relation suivante:

$$\varepsilon_{\text{entrée}} = G/(G+L) \quad (\text{I. 8})$$

Avec, G et L respectivement les débits volumique du gaz et du liquide.

On peut alors définir l'efficacité du foisonnement (*Eff*). Il s'agit du rapport entre la fraction volumique du gaz réellement incorporée et la fraction maximale incorporable:

$$Eff = \varepsilon / \varepsilon_{\text{entrée}} \quad (\text{I. 9})$$

Pour mesurer la taille et la distribution de taille des bulles, une fraction de la mousse à la sortie de la colonne est introduite dans une cellule en quartz placée en ligne sur le circuit de sortie. Une caméra CCD (*Kappa Opto-Electronics GmbH*, Germany) montée sur un microscope inversé (*Axiovert-25, Carl Zeiss Jena GmbH*, Germany) permet alors de prendre des images au cours de l'expérience. Le diamètre des bulles est le seul paramètre morphologique pour estimer leur dimension caractéristique. Une fois les diamètres ( $d_i$ ) relevés à l'aide du logiciel ImagePro+ 4.01 (*MediaCybernetics*, MD, USA), un diamètre moyen ( $d_{\text{moy}}$ ) et un diamètre moyen en surface dit de Sauter ( $d_{32}$ ) sont calculés à partir d'un nombre (n) minimal de 400 bulles pour chaque condition opératoire :

$$d_{\text{moy}} = \sum d_i / n \quad (\text{I. 10})$$

$$d_{32} = \sum d_i^3 / \sum d_i^2 \quad (\text{I. 11})$$

Les points expérimentaux de la distribution des tailles des bulles sont ajustés par une loi normale permettant d'accéder également au diamètre moyen des bulles et à l'écart-type en minimisant l'erreur entre les points expérimentaux et calculés.

## C- Résultats & Discussions

L'impact de la configuration des éléments de dispersion (tableau I. 4) sur les performances de l'opération du foisonnement a été étudié sur la nature de l'écoulement et la puissance dissipée ainsi que sur l'efficacité et la distribution de taille des bulles. Dans un premier temps nous utiliserons le WPI comme agent tensioactif dans la formulation, ensuite nous étudierons comment sa substitution par le Tween 20 modifie la performance du foisonnement

### VII. Caractérisation du régime d'écoulement

La puissance dissipée pendant l'agitation ( $P$ ) peut être calculée à partir du couple de l'agitateur:

$$P = 2\pi N(T_L - T_0) \quad (\text{I. 12})$$

Où  $T_0$  et  $T_L$  représentent les couples mesurés dans la colonne respectivement à vide et avec la formulation et  $N$  est la vitesse d'agitation. La puissance dissipée peut être adimensionalisée à l'aide du nombre de Newton  $Ne$  :

$$Ne = \frac{P}{D_a^5 N^3 \rho_L} \quad (\text{I. 13})$$

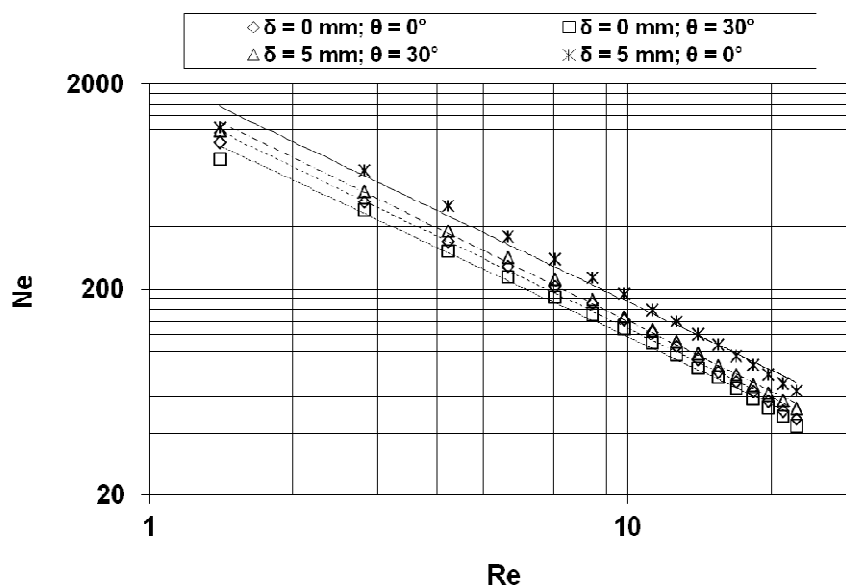
Pour chaque configuration des agitateurs, le nombre  $Ne$  est fonction du nombre de Reynolds  $Re$ :

$$Ne = \beta Re^{-\alpha} \quad (\text{I. 14})$$

Dans une configuration avec agitation le nombre de Reynolds est donné par :

$$Re = \frac{ND_a^2 \rho_L}{\eta_c} \quad (\text{I. 15})$$

Afin d'obtenir la courbe de puissance ( $Ne = f(Re)$ ), nous avons rempli la colonne de foisonnement (CF) avec la matrice modèle et nous avons mesuré le couple ( $T$ ) en fonction de la vitesse d'agitation pour chaque configuration d'agitateurs. L'évolution du nombre  $Ne$  en fonction du  $Re$  pour les quatre configurations mentionnées dans le tableau I. 4 est représentée sur la figure I. 10.

Fig. I. 10. Evolution d  $Ne$  en fonction de  $Re$  pour les différentes configurations

Une régression linéaire a permis alors de déterminer  $\alpha$  et  $\beta$  dans la relation (I. 14). Leurs valeurs sont regroupées dans le tableau I. 5. Notons que  $\beta$  dans cette relation est un paramètre qui dépend de la configuration des agitateurs, tandis que le paramètre  $\alpha$  permet de vérifier le régime d'écoulement. Lorsque  $\alpha$  est proche de 1, le régime est laminaire.

Tableau I. 5. Détermination de  $\alpha$  et  $\beta$  par un ajustement des points expérimentaux de la courbe  $Ne = f(Re)$ 

Configuration	Compacte ( $\delta = 0 \text{ mm}$ )		Espacée ( $\delta = 5 \text{ mm}$ )	
<i>Alignée</i> ( $\theta = 0^\circ$ )	$\alpha$	1,1	$\alpha$	1,1
	$\beta$	1724	$\beta$	2264
	$R^2$	0,994	$R^2$	0,990
<i>Avec angle</i> ( $\theta = 30^\circ - 45^\circ$ )	$\alpha$	1,1	$\alpha$	1,1
	$\beta$	1451	$\beta$	1928
	$R^2$	0,994	$R^2$	0,998

Le tableau I. 5 montre que la valeur de  $\alpha$  reste proche de 1 ( $NeRe \approx 1$ ), quelque soit la configuration, indiquant que le régime d'écoulement dans la colonne demeure laminaire dans le domaine des conditions opératoires testées dans ce travail. Dans ces conditions, la puissance dissipée dans le nombre de Newton dépend seulement du paramètre  $\beta$  à condition opératoire fixée. Plus  $\beta$  est élevé plus la configuration est énergivore. L'examen du tableau I.

5 révèle alors que la valeur de  $\beta$  est plus importante pour les configurations espacées que les configurations compactes. A espacement fixe,  $\beta$  est plus élevé pour les configurations alignées plutôt que celles avec angle. Du point de vue énergétique, la configuration la moins énergivore est la configuration compacte et décalée ( $\delta = 0$  mm et  $\theta = 30^\circ$ ) pour laquelle la valeur de  $\beta$  vaut 1451.

## **VIII. Foisonnement en continu**

Les expériences de foisonnement en continu de la matrice modèle ont été effectuées en fixant le débit volumique du liquide (L) à 30 mL/min et en faisant varier le débit volumique du gaz (G) de 10 à 70 mL/min et la vitesse de rotation de 200 à 1600 tr/min. Dans un premier temps nous nous intéressons à l'efficacité du foisonnement ( $Eff$ ) en fonction de la configuration des agitateurs ensuite à l'évolution de la microstructure (diamètre et distribution de taille des bulles) du produit foisonné.

### **VIII. 1. Effet de la configuration des agitateurs sur l'efficacité de foisonnement à G/L constant**

L'influence de la configuration des agitateurs sur l'efficacité du foisonnement  $Eff$  a été étudiée pour différentes conditions opératoires. La variation de  $Eff$  en fonction de la vitesse de rotation  $N$  et pour les géométries compactes ( $\delta = 0$  mm) à différents angles de décalage  $\theta$  est donnée sur la figure I. 11(a).

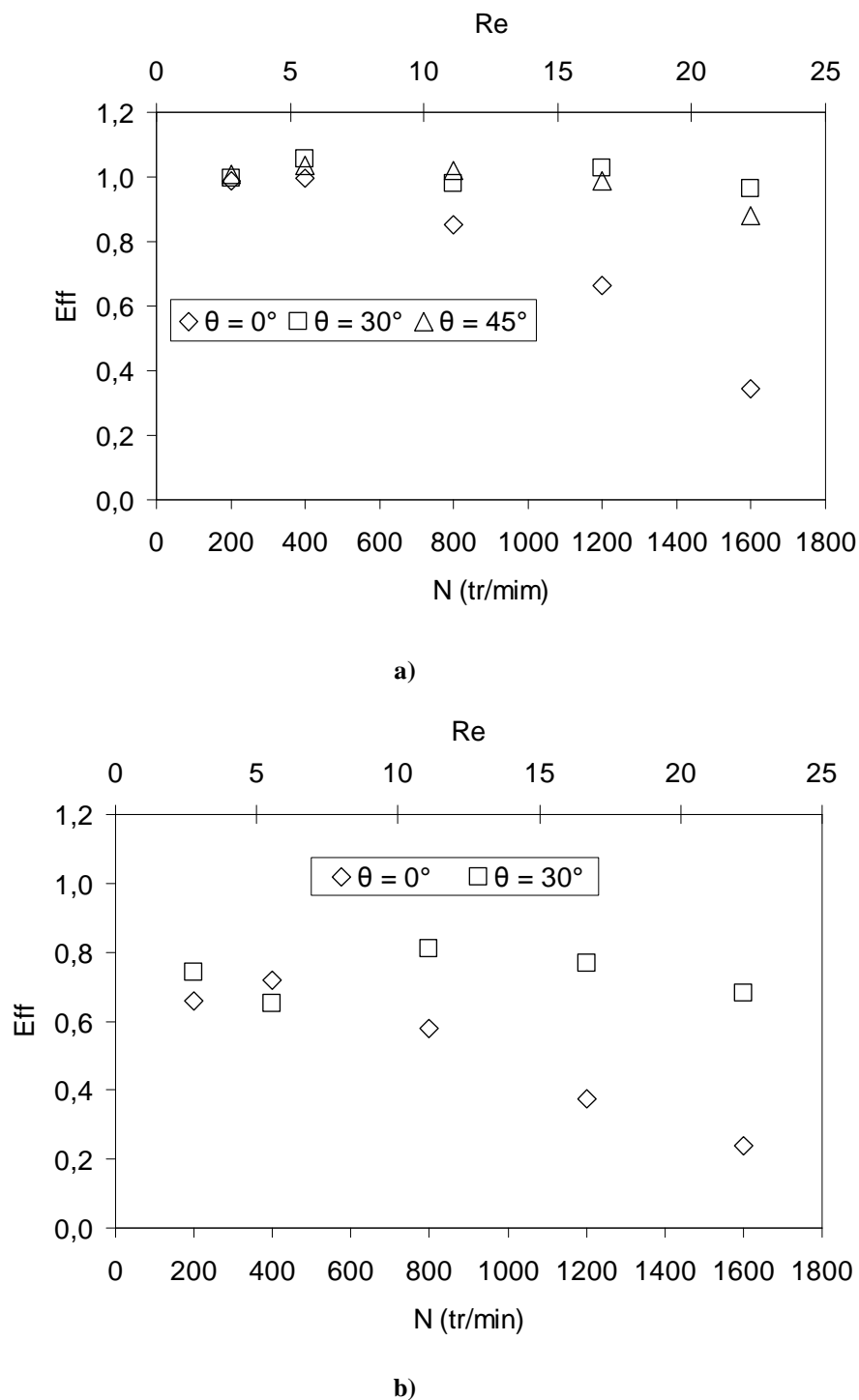


Fig. I. 11. Efficacité du foisonnement en fonction de  $N$  et  $Re$  pour  $L = 30$  mL/min et  $G = 10$  mL/min. (a) : géométrie compacte ( $\delta = 0$  mm) ; (b) : géométrie espacée ( $\delta = 5$  mm)

Dans le cas d'une configuration compacte, les résultats expérimentaux montrent qu'à de faibles vitesses de rotation ( $N = 200$  et  $400$  tr/min), l'efficacité de foisonnement vaut 100% quel que soit l'angle  $\theta$ . Au-delà de  $400$  tr/min, la performance de la configuration alignée ( $\theta = 0^\circ$ ) diminue pour atteindre 30% lorsque la vitesse d'agitation est égale à  $1600$  tr/min. Par



contre, lorsque les agitateurs sont décalés, l'efficacité reste proche de 100% même au-delà de 200 tr/min.

La figure I. 11 (b) compare l'effet de l'introduction d'espacement ( $\delta = 5 \text{ mm}$ ) sur l'efficacité du foisonnement. L'examen de cette figure montre que, dans tous les cas, l'espacement entre les agitateurs conduit à une diminution de l'efficacité du foisonnement quelque soit la vitesse d'agitation.

En conclusion, l'espacement entre les agitateurs a clairement un effet négatif sur l'efficacité de foisonnement. D'après la figure I. 11, toutes les configurations, exceptées celle où les agitateurs sont collés et sont décalées ( $\delta = 0 \text{ mm}$ ,  $\theta = 30^\circ$  ou  $45^\circ$ ), induisent une diminution de l'efficacité ( $Eff$ ) du foisonnement en fonction de la vitesse de rotation. Cela peut s'expliquer par une augmentation de la dépression autour de l'arbre d'agitation quand  $N$  augmente favorisant ainsi la migration des bulles et leur accumulation dans le centre près de l'arbre de l'agitation. De plus, le gradient de cisaillement est généralement faible dans cette zone ce qui limite la rupture des bulles et favorise la formation des poches de gaz réduisant ainsi l'efficacité du foisonnement. Cependant un angle de  $30^\circ$  entre deux agitateurs collés semble réduire l'importance de cette zone, favorisant ainsi la dispersion du gaz dans la phase continue.

On retient donc que parmi les configurations testées, la configuration compacte ( $\delta = 0 \text{ mm}$ ) et décalée ( $\theta = 30^\circ$ ) est celle optimale pour l'incorporation totale du gaz ( $Eff = 100\%$ ). Ceci est d'autant plus intéressant que cette configuration est moins énergivore par rapport aux autres configurations testées dans ce travail.

## **VIII. 2. Effet du débit de gaz (G) sur $Eff$ pour la configuration optimale**

La figure I. 12 représente l'évolution de l'efficacité du foisonnement en fonction de la fraction volumique du gaz à l'entrée de la colonne de foisonnement pour deux vitesses de rotation 400 et 1600 tpm.

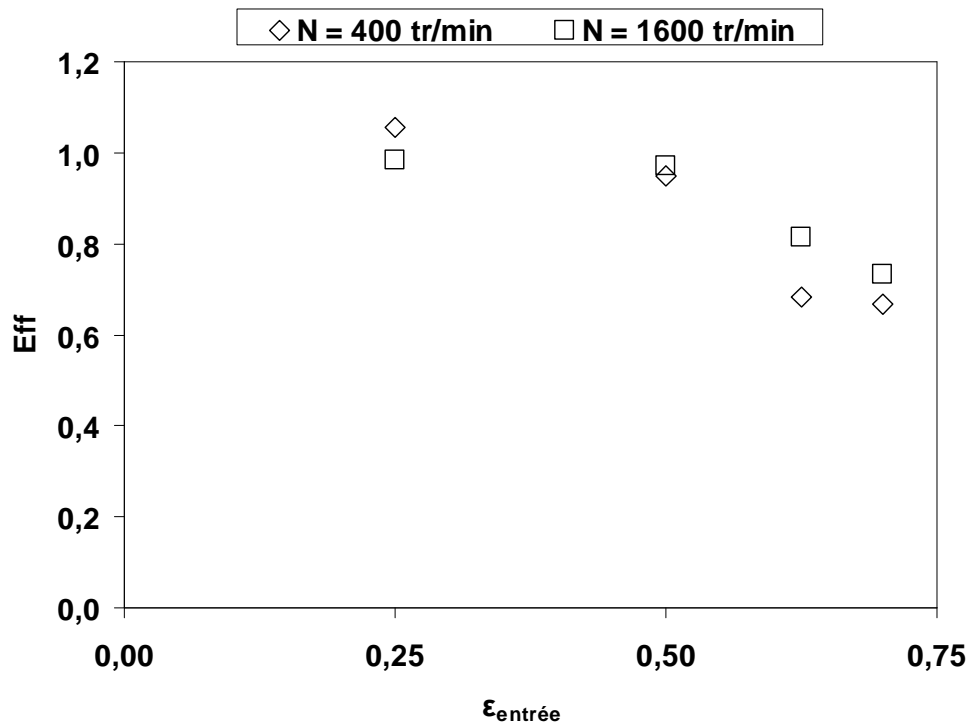


Fig. I. 12. Efficacité de foisonnement en fonction de la fraction volumique de gaz à l'entrée.

On observe sur la figure I. 12, que jusqu'à un rapport  $G/L = 30/30$  qui correspond à  $\epsilon_{\text{entrée}} = 50\%$ , la configuration compacte et alignée a permis d'incorporer la totalité du gaz ( $Eff = 100\%$ ) pour les deux vitesses testées. Lorsque la fraction volumique du gaz à l'entrée augmente au-delà de cette valeur  $\epsilon_{\text{entrée}} = 62,5\%$  à  $70\%$  (correspondant à un débit volumique de gaz de  $50$  à  $70$  mL/min), l'efficacité du foisonnement diminue quelque soit la vitesse de rotation. Il est à noter que l'augmentation du débit de gaz réduit le temps de séjour dans la colonne ce qui a vraisemblablement un effet sur l'efficacité de la dispersion du gaz. Ces résultats sont en accord avec ceux de Narchi et al. (2011). Les auteurs ont mentionné que quand l'augmentation de la vitesse de rotation est combinée à l'augmentation de débit volumique du gaz, l'incorporation du gaz demeure partielle expliquant la diminution de l'efficacité du foisonnement par l'effet combiné des forces centrifuges et la distribution locale du gradient de cisaillement.

### VIII. 3. Impact de la configuration des agitateurs sur la taille des bulles

La figure I. 13 donne pour toutes les configurations la distribution des tailles des bulles à une vitesse d'agitation de  $1600$  tpm. Nous avons utilisé une loi de distribution

normale pour simuler les résultats expérimentaux. On constate alors que quelle que soit la configuration cette distribution demeure monomodale.

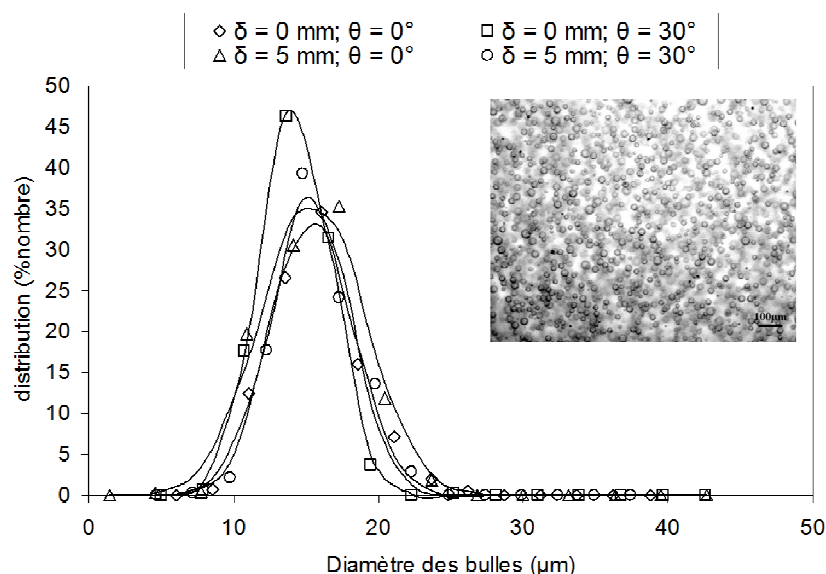
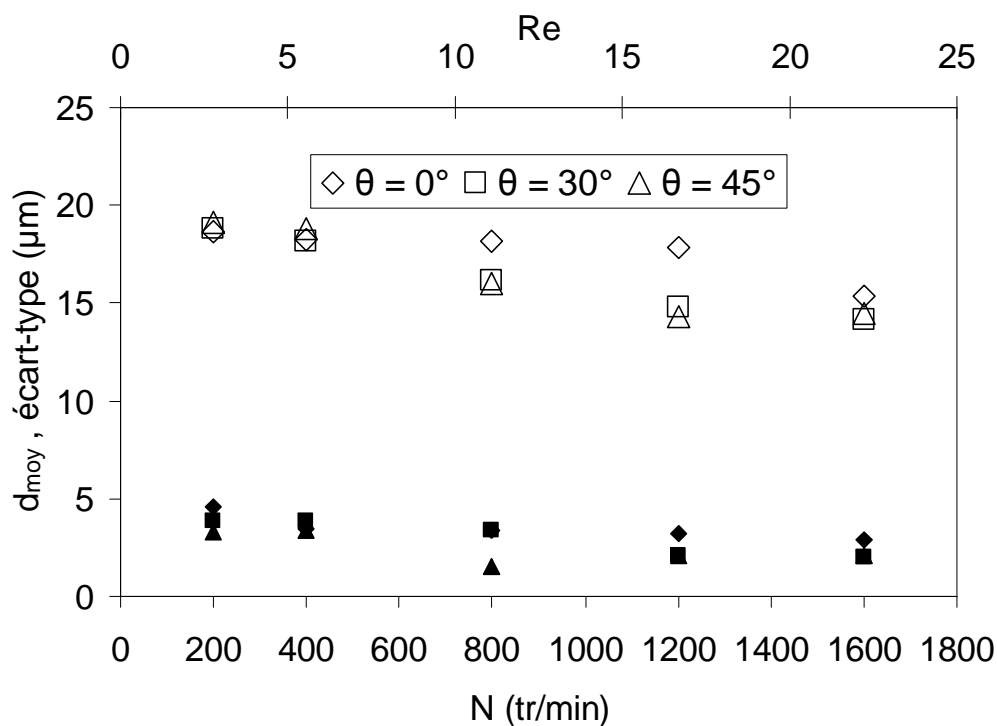
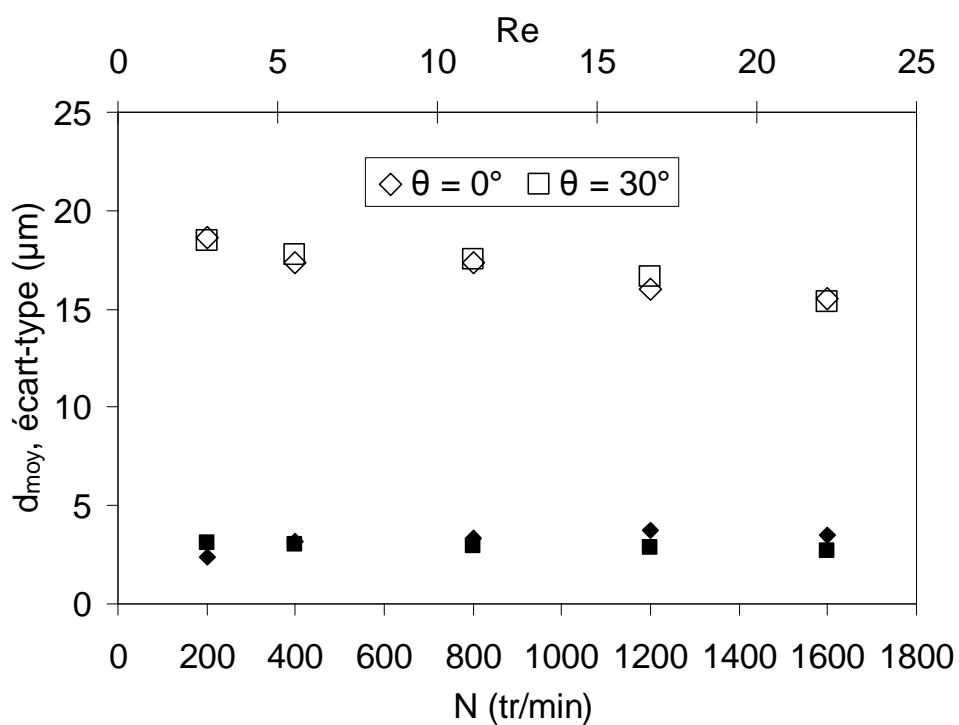


Fig. I. 13. Distribution des tailles des bulles pour différentes configurations : données expérimentales (symboles) et données ajustées par la loi normale (traits) pour  $N = 1600 \text{ tr/min}$ .

L'évolution du diamètre moyen des bulles ( $d_{\text{moy}}$ ) ainsi que l'écart-type (SD) est représentée sur la figure I. 14 en fonction de la vitesse de rotation ( $N$ ) pour les configurations compactes (a) ainsi qu'espacées (b). La figure montre que la taille des bulles est indépendante de la configuration des agitateurs. En effet, le diamètre moyen des bulles diminue légèrement de 18 à 15  $\mu\text{m}$  quand la vitesse de rotation  $N$  augmente de 200 à 1600 tr/min. Tandis que, l'écart type demeure à peu près constant autour de 3  $\mu\text{m}$  pour ces mêmes conditions opératoires.



a)



b)

Fig. I. 14. Evolution du diamètre moyen (symboles ouverts) et de l'écart-type (symboles pleins) des bulles en fonction de la vitesse de rotation pour  $L = 30$  mL/min et  $G = 10$  mL/min. (a) configuration compacte ( $\delta = 0$  mm) et (b) configuration espacée ( $\delta = 5$  mm).

Pour quantifier la performance des agitateurs sur la dispersion gaz-liquide nous avons étudié la relation entre le diamètre de Sauter ( $d_{32}$ ) et le diamètre maximal ( $d_{max}$ ) des bulles. Lorsque le facteur de proportionnalité entre ces deux grandeurs est égal à 1, le diamètre moyen des bulles est égal au diamètre maximal. En d'autres termes, la fragmentation des bulles dans la mousse est homogène et leur distribution est uniforme. Dans notre cas, l'évolution du diamètre moyen du Sauter  $d_{32}$  en fonction du diamètre  $d_{max}$  est représentée sur la figure I. 15. La valeur de la pente entre ces deux grandeurs obtenue par la régression linéaire est de 0,63. A titre d'exemple, Zhou et Kresta (1998) ont trouvé un facteur de proportionnalité dans les cuves agitées et dans les conduites équipées d'un mélangeur statique est comprise entre 0,38 et 0,7.

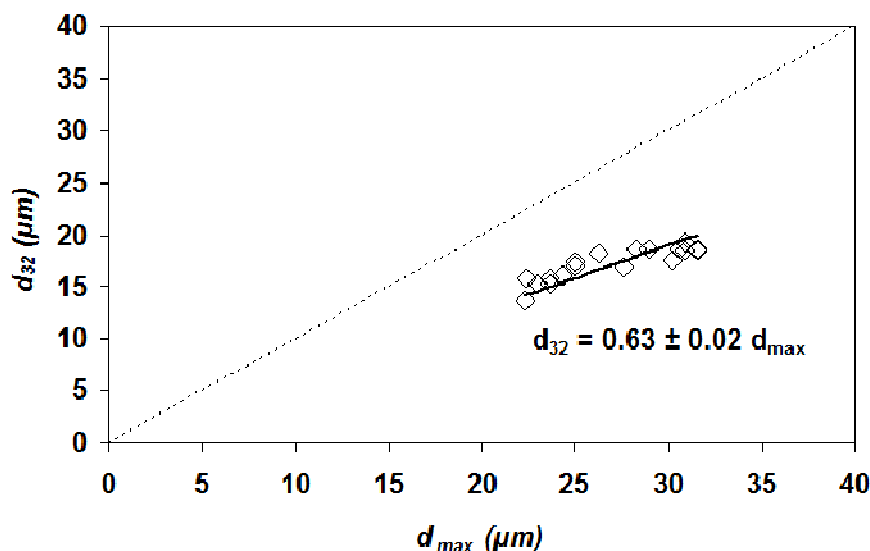


Fig. I. 15. Diamètre moyen de Sauter en fonction du diamètre maximal des bulles dans la CF

On peut donc en déduire que l'homogénéité de la distribution des tailles des bulles dans la colonne de foisonnement à faible entrefer est semblable à celle des cuves mécaniquement agitées. Notons cependant que Habchi et al. (2009) dans le cas des systèmes générant des écoulements chaotiques trouve un facteur de proportionnalité plus grand variant de 0,80 à 0,86.

#### VIII. 4. Foisonnement en continu : Effet de la substitution de WPI par le Tween 20

Cette comparaison a été effectuée en utilisant la configuration des agitateurs considérée comme optimale ( $\delta = 0$  mm,  $\theta = 30^\circ$ ). L'étude comparative du régime d'écoulement dans la

colonne du foisonnement pour les deux formulations modèles du sirop de glucose à base de 2% mq. des protéines sériques (WPI) et le Tween 20 est donnée par la figure I. 16.

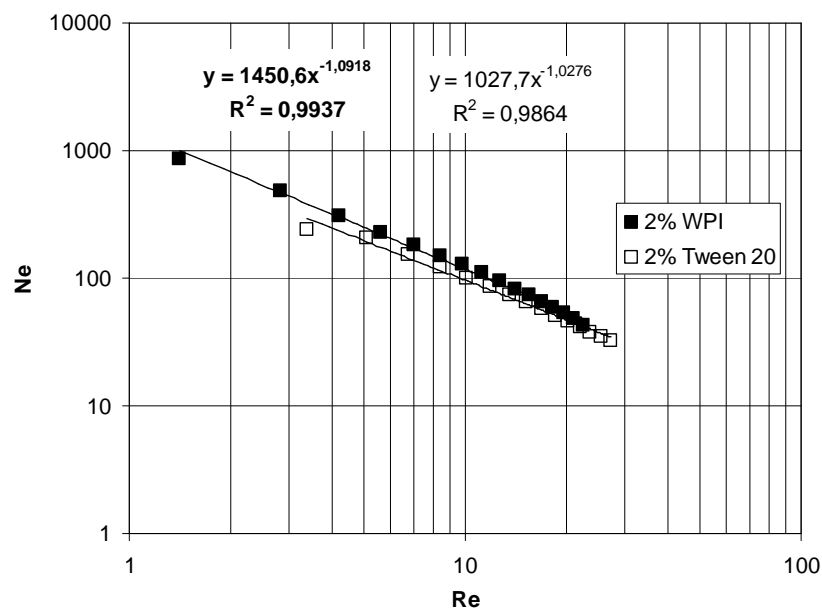


Fig. I. 16. Courbe de puissance pour les deux formulations à base de 2% mq. de WPI et de Tween 20.

L'examen de la figure I. 16 révèle que le remplacement de WPI par le Tween 20 ne modifie pas le régime d'écoulement dans la colonne. Il conduit cependant à une diminution de la valeur de  $\beta$  (1028) indiquant une consommation énergétique plus faible par rapport à une formulation avec WPI.

La formulation avec Tween 20 a fait l'objet de foisonnement en continu dans la CF équipée de la configuration optimale des agitateurs (collés et décalés d'un angle de 30°). La dispersion du gaz a été réalisée avec un débit du liquide égal à 30 mL/min et un débit de gaz de 10 mL/min. Les résultats en termes d'efficacité sont donnés sur la figure I. 17.

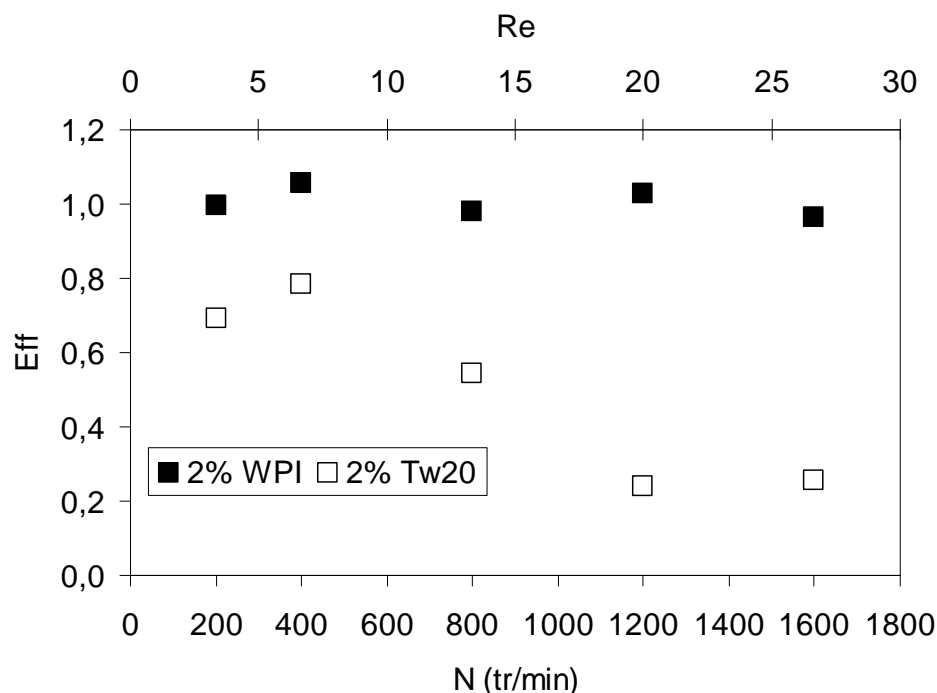


Fig. I. 17. Influence de la formulation sur  $Eff$  avec la configuration compacte ( $\delta = 0$  mm) et décalée ( $\theta = 30^\circ$ ).

Quand on remplace les protéines sériques par le Tween 20 (agent de surface de faible poids moléculaire), l'efficacité du foisonnement n'atteint jamais 100% et reste faible. De plus, l'augmentation de la vitesse de rotation réduit la capacité de la formulation à base de Tween 20 à retenir le gaz. En effet, lors de la conduite de l'opération de foisonnement, nous avons constaté que la densité de la mousse à la sortie de la CF augmente avec la vitesse d'agitation en se rapprochant de celle de la phase continue. Il semble qu'il est soit difficile d'obtenir une efficacité de foisonnement importante et ce, malgré la faible valeur d'équilibre de la tension de surface ( $\approx 33$  mN/m) de cette formulation.

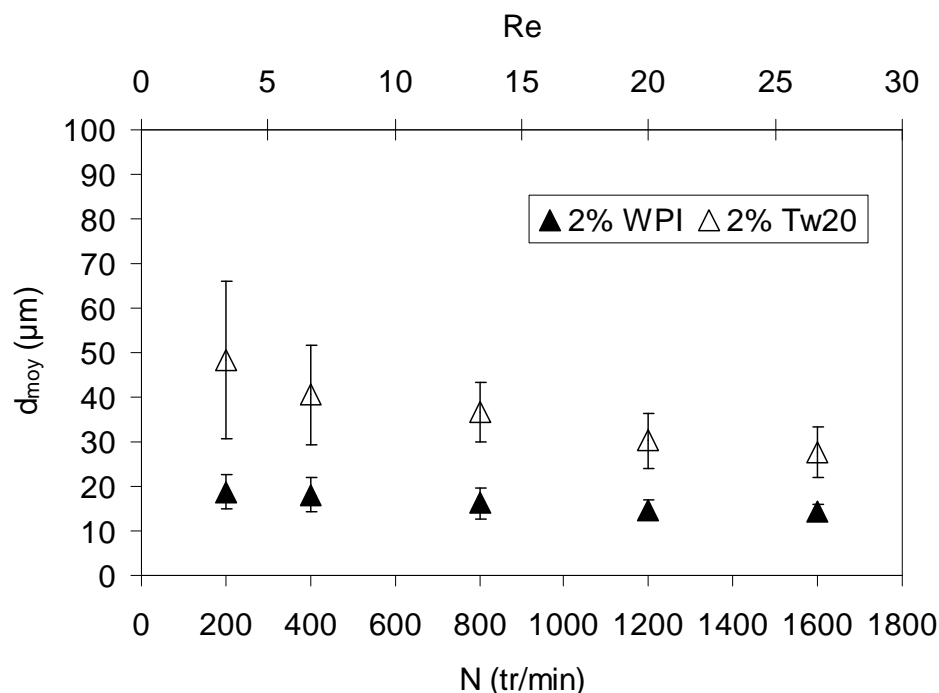


Fig. I. 18. Influence de la formulation sur le diamètre moyen des bulles avec la configuration compacte ( $\delta = 0$  mm) et décalée ( $\theta = 30^\circ$ ).

La comparaison des résultats obtenus avec Tween 20 et les WPI sur la taille des bulles en fonction de la vitesse d'agitation est l'objet de la figure I. 18. Alors que le diamètre moyen reste peu sensible à la vitesse de rotation dans le cas de la formulation à 2% mq. en WPI, il diminue sensiblement avec la vitesse de rotation dans le cas de Tween 20. Le diamètre des bulles est de plus toujours supérieur dans le cas du Tween ; l'écart-type est également plus important. Lorsque l'on s'intéresse à la distribution de taille (Figure I. 19), on constate que la distribution de taille n'est plus monomodale mais plutôt bimodale ce qui explique la différence d'écart-type. Il semble qu'il existe une interaction négative entre la vitesse d'agitation, le temps de séjour et l'aptitude du Tween 20 à maintenir une cohésion interfaciale autour des bulles.



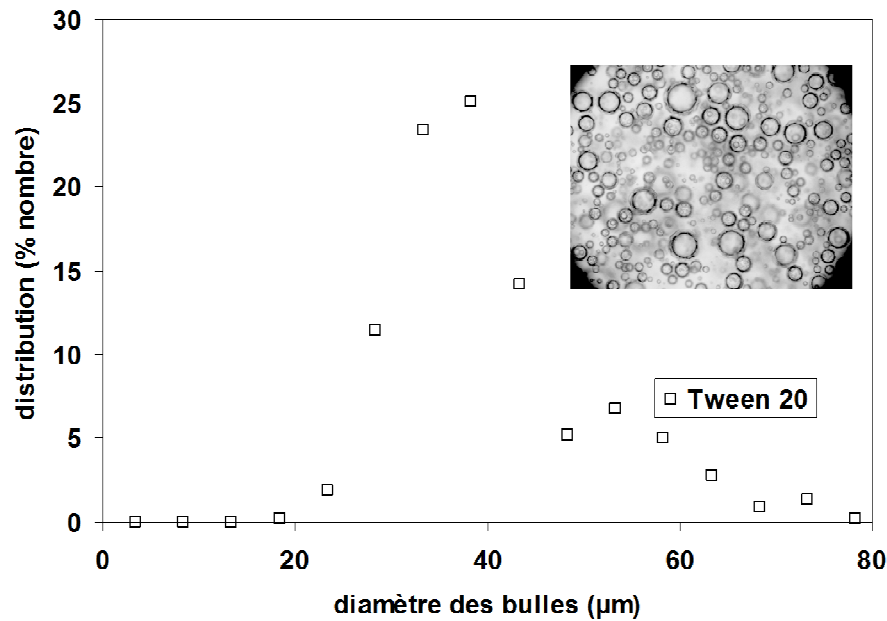


Fig. I. 19. Distribution de taille des bulles avec une solution de Tween pour la configuration compacte ( $\delta = 0$  mm) et décalée ( $\theta = 30^\circ$ ) pour  $N = 400$  tr/min.

## IX. Conclusion

A la lumière des résultats, nous avons montré que la configuration des agitateurs joue un rôle clé dans l'incorporation du gaz dans la phase continue. Les configurations où les agitateurs sont espacés ne sont pas particulièrement adaptées au foisonnement. La configuration compacte alignée n'est efficace qu'à faible vitesse de rotation. Par contre dès qu'un angle est ajouté entre deux agitateurs, l'efficacité de foisonnement augmente. On notera que quelque soit la configuration le gradient de vitesse maximum (en bout de pale) est le même à une vitesse d'agitation donnée. Le gradient de vitesse ne peut donc pas expliquer ces différences. Il semble donc que l'aspect distributif de la dispersion du gaz soit amélioré lorsque les agitateurs sont décalés d'un angle ( $30^\circ$  dans le cas présent). Quant à l'espacement entre deux agitateurs, il a un effet négatif sur l'efficacité par la création d'une zone où le gradient de vitesse est faible et où la coalescence pourrait être favorisée.

En revanche la configuration des agitateurs ne joue pas de rôle sur la taille et la distribution de taille des bulles. On peut donc émettre l'hypothèse que c'est le gradient de vitesse maximum (constant quelque soit la configuration) qui est responsable de la rupture des bulles.

Nous avons également montré que la substitution de WPI par le Tween 20 modifie considérablement à la fois l'efficacité de foisonnement mais aussi la taille et la distribution de taille des bulles. Ces résultats pourraient s'expliquer par la différence en termes de poids moléculaire du Tween 20 et des WPI qui modifierait le comportement du tensioactif à l'interface eau/air.

Les résultats expérimentaux obtenus dans ce chapitre nous ont encouragés à concevoir un dispositif expérimental pour étudier les phénomènes de rupture et la dispersion de gaz à l'échelle locale. Par cette étude, nous tenterons donc d'apporter des précisions complémentaires sur les résultats obtenus dans ce chapitre.

## **Chapitre 2 : Echelle locale**

## A- Synthèse bibliographique

Dans le chapitre précédent, nous avons étudié l'effet de la formulation notamment la nature du tensioactif et la configuration des agitateurs sur la taille et l'efficacité de l'opération de foisonnement. Ces études nous ont permis de montrer que la taille des bulles ne dépend pas de la configuration des agitateurs par contre l'efficacité en dépend. A l'échelle du procédé, il est difficile d'expliquer ces différences. Nous avons donc entrepris une étude à l'échelle locale à la fois qualitative et quantitative pour élucider le mécanisme de déformation et de rupture pour les configurations utilisées dans le chapitre précédant. Dans un premier temps, nous présenterons une étude bibliographique sur l'état de connaissance des phénomènes de déformation et de rupture des gouttes et/ou des bulles à une échelle locale en régime laminaire. Ensuite, nous décrirons les appareillages et les méthodes employées pour visualiser la déformation et rupture des bulles. Enfin, nous discuterons des phénomènes observés au cours des expériences.

### I. Analyse des mécanismes de déformation et rupture des bulles et des gouttes

Les premiers travaux qui se sont intéressés aux mécanismes de la déformation et la rupture des gouttes sont l'œuvre de Taylor (1932, 1934). Portant sur des observations expérimentales, l'auteur a développé des théories pour décrire le comportement d'une goutte de l'huile dans des écoulements laminaires.

L'analyse de Taylor est basée sur la rupture totale. Elle stipule que lorsqu'une goutte de diamètre  $d$  est soumise à une force liée à une agitation, il se produit une déformation due à la composante tangentielle de la force dont l'intensité dépendra du gradient de tension de surface  $\gamma$  sur la goutte. La composante orthogonale de cette force induit, elle, une augmentation de pression sur la goutte. D'après Taylor, en régime laminaire, lorsque l'intensité de cette pression est égale à la pression de Laplace ( $\gamma/d$ ), on assiste à la rupture de la goutte. Cette analyse conduit à la détermination d'un nombre sans dimension appelé le nombre de Weber ( $We$ ) ou encore nombre Capillaire ( $Ca$ ) :

$$Ca = \frac{\rho d}{\gamma} \quad (\text{II. 1})$$

Il représente le rapport entre la force qui tend à déformer la goutte et celle tendant à la stabiliser. La déformation est d'autant plus importante que ce nombre est grand. Si la

contrainte qui induit la déformation est de nature visqueuse (régime laminaire), alors, elle est le produit de la viscosité de la phase continue  $\eta_c$  et du gradient de vitesse  $\dot{\gamma}$  (Taylor, 1934) :

$$\tau = \eta_c \dot{\gamma} \quad (\text{II. 2})$$

Cette contrainte externe sera facilement accessible dans le cas d'écoulement d'élongations simples mais sera cependant difficile à déterminer dans le cas d'écoulements complexes.

Hinze (1955) postule que la rupture se produit quand ce nombre atteint une valeur critique : cette valeur donne accès au diamètre maximum stable  $d_{max}$ , taille de goutte au-delà de laquelle la rupture est possible. De nombreuses études expérimentales ont montré que ce nombre critique est fonction de la nature de l'écoulement et des propriétés physico-chimiques de la phase continue.

## I. 1. Déformation et rupture en régime laminaire

Un écoulement laminaire peut toujours être décomposé sous forme d'écoulements élémentaires (Figure II. 1), à savoir un écoulement *rotationnel pur* (a) (sans déformation) et *élongationnel pur* (c) sans rotation (ou *hyperbolique*). En fait, il existe un troisième type d'écoulement classique qui est la combinaison d'une rotation et d'une déformation de même magnitude, c'est le *cisaillement simple* (b). Ce dernier type d'écoulement peut être observé lors d'un écoulement axial entre deux cylindres coaxiaux (système Couette).

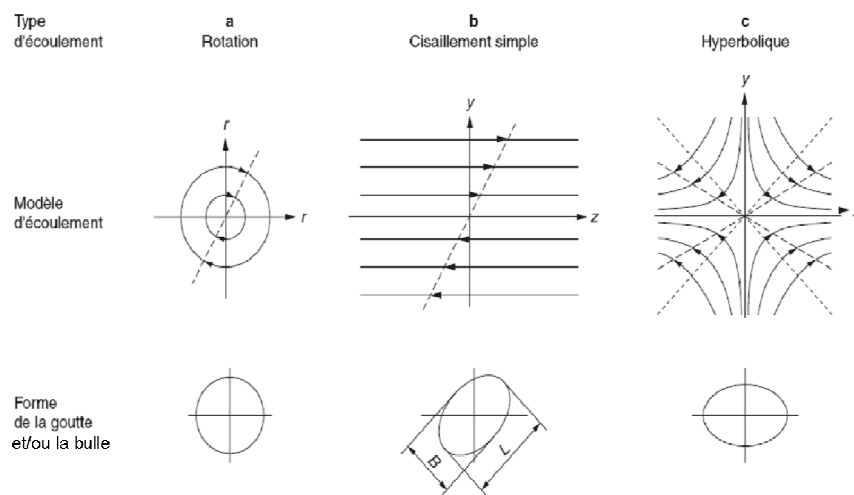


Fig. II. 1. Représentation des différents types d'écoulements élémentaires en régime laminaire (d'après Dalmazzone et al., 2000).

Dans des opérations unitaires d'émulsification et de foisonnement, on cherche à favoriser la rupture des gouttes ou des bulles. Cependant, comme indiqué précédemment le

type d'écoulement influence le mécanisme de rupture. L'objectif de cette partie est d'analyser la relation entre la déformation et la rupture ; sachant qu'une déformation ne conduit pas toujours à la rupture.

En pratique, tout écoulement laminaire dans une conduite peut être assimilé localement à un écoulement intermédiaire entre l'écoulement hyperbolique et cisaillement simple. Cependant, l'écoulement *purement rotationnel* (Figure II. 1a) ne conduit pas à la déformation et donc à la rupture. Dans les deux autres cas, on assiste d'abord à une déformation de l'objet puis à sa rupture si les contraintes exercées par les forces visqueuses de la phase continue deviennent supérieures aux forces de cohésion de l'interface (Canedo et al., 1993 ; Rust et Manga, 2002 ; Fradette et al., 2006 ; Müller-Fischer et al., 2008). En pratique, la déformation est indispensable pour que la rupture ait lieu. En revanche, la rupture n'est pas systématique, même après une déformation importante : car la rupture d'une bulle dépend non seulement de l'intensité des contraintes, mais aussi du type d'écoulement qui prédomine (élongationnel ou cisaillement simple). De nombreux auteurs se sont intéressés à la déformation d'une goutte (Taylor, 1932 et 1934 ; Cox, 1969 ; Hinch et Acrivos, 1980 ; Grace, 1982) ou d'une bulle isolée (Rust et Manga, 2002, Müller-Fischer et al., 2008) dans un écoulement cisaillant ou élongationnel, en présence ou non d'agent tensioactif. La Figure II. 2 montre une illustration schématique d'une bulle initialement sphérique de diamètre  $d$  qui se déforme en ellipse sous une contrainte de cisaillement.

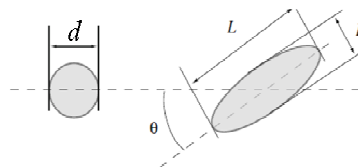


Fig. II. 2. Illustration schématique de la déformation d'une bulle de diamètre  $d$ ,  $L$  : grand axe,  $B$  : petit axe,  $\theta$  : angle d'inclinaison par rapport à l'axe principal.

Le facteur de déformation  $D$  (avec  $0 \leq D \leq 1$ ) nommé aussi paramètre de déformation de Taylor est défini par:

$$D = \frac{L - B}{L + B} \quad (\text{Cas de faibles déformations}) \quad (\text{II. 3})$$

$$\text{ou } D = \frac{L}{d} \quad (\text{Cas de fortes déformations}) \quad (\text{II. 4})$$

Où  $L$  et  $B$  représentent respectivement la longueur du grand axe et du petit axe de la bulle assimilée à une ellipse.

Pour une bulle sphérique,  $D$  prend la valeur 0 et quand la bulle est fortement déformée par élongation (*slender body theory*),  $D$  tend vers 1. D'après Rust et Manga (2002), pour de faibles déformations ( $Ca \ll 1$ ),  $D$  est le mieux adapté pour quantifier la déformation, tandis que  $L/d$  traduit bien l'état de la déformation à  $Ca \gg 1$ .

D'après Cerf (1951) ou encore Chaffey et Brenner (1967), une bulle déformée subit également un processus d'orientation d'un angle  $\theta$  dans la direction de l'écoulement et cet angle dépend du nombre Capillaire. En résumé  $D$ ,  $L/d$ ,  $\theta$  désignent les facteurs de forme d'une bulle ou une goutte dans un écoulement cisailant (Rust et Manga, 2002).

### I. 1. 1. Cas de faibles déformations : $Ca \ll 1$

Les travaux menés par Taylor (1932) ne concernent que le cas des gouttes faiblement déformées ( $Ca \ll 1$ ). Pour les systèmes en absence ou en présence de tensioactifs (Taylor, 1934 ; Grace 1982 ; Janssen et al., 1994b ; Guido et al., 1999 ; Megias-Alguacil et al., 2005), la déformation et la rupture dans un écoulement de cisaillement simple en régime permanent sont très dépendantes du rapport de viscosité  $\lambda$  :

$$\lambda = \frac{\eta_d}{\eta_c} \quad (\text{II. 5})$$

Où  $\eta_d$  représente la viscosité de la phase dispersée et  $\eta_c$  celle de la phase continue.

Ce paramètre a servi pour prédire la rupture des bulles dans un large domaine du rapport de viscosités. La rupture a lieu si le nombre capillaire  $Ca$  dépasse une valeur critique  $Ca_c$ . Les premiers résultats (Taylor, 1932 et 1934 ; Hinze, 1955 ; Cox, 1969) obtenus dans le domaine de  $0,1 \leq \lambda \leq 1$  montre que la rupture de goutte se produit en général à  $D = Ca > 0,5$ . Cependant, il existe une forte dépendance entre la valeur critique du nombre capillaire ( $Ca_c$ ) et  $\lambda$  dès que l'on sort de ce domaine de  $\lambda$ . De nombreux auteurs (Rallison, 1984 ; Guido et al., 1999 ; Guido and Greco, 2001 ; Rust and Manga, 2002 ; Megias-Alguacil et al., 2005) ont ainsi établi des modèles de déformation dans des conditions proches de celles des dispersions gaz/liquide ; c'est-à-dire correspondant à de très faibles valeurs de  $\lambda$ .

Le tableau II. 1 résume les principales contributions et relations obtenues pour la déformation et l'angle d'orientation des gouttes ou des bulles dans un écoulement à cisaillement simple et pour différentes solutions avec ou sans tensioactif.

Tableau II. 1. Déformation faible ( $Ca \ll 1$ ) dans un écoulement à cisaillement simple

Type d'écoulement	Déformation et orientation	Conditions opératoires	Commentaires	Références
Cisaillement simple : $10^{-6} \leq \lambda \leq 10^3$	$D \equiv Ca \frac{19\lambda + 16}{16\lambda + 16}$ (A)	Cas d'une goutte : $5 \leq \eta_c \leq 300$ Pa.s ; $\gamma_c = 0,025$ N/m ;  Cas d'une bulle : $28,6 \leq \eta_c \leq 290$ Pa.s ; $0,021 \leq \gamma_c \leq 0,080$ N/m	- Pour de faibles déformations, théorie de Taylor des gouttes appliquée sur les bulles.	Taylor, 1934 ; Grace, 1982 ; Megias-Alguacil et al., 2005  Müller-Fischer et al., 2008
Cisaillement simple : $\lambda \ll 1$	$D \equiv Ca$ (B)	Polymère 1 (goutte): $100,2 \leq \eta_d \leq 100,4$ Pa.s ; $\gamma = 0,0025$ N/m  Polymère 2 (phase continue) : $92,3 \leq \eta_c \leq 93,1$ Pa.s ; $\gamma = 0,0025$ N/m  - Bulle dans sirop de maïs sans TA : $\eta_c = 118$ et $137$ Pa.s	- Goutte ou bulle assimilée à une sphère légèrement perturbée - Vérification expérimentale et confirmation numérique	Taylor, 1934 ; Cox, 1969 ; Bentley et Leal, 1986 ; Guido et al., 1999 ; Rallison, 1984 ; Kennedy et al., 1994 ; Canedo et al., 1993 ;  Rust et Manga, 2002
Cisaillement simple : $\lambda \gg 1$	$D \equiv \frac{5\lambda}{4} Ca$ (C)	$5 \leq \eta_c \leq 300$ Pa.s ; $\gamma_c = 0,025$ N/m (goutte)	- Déformation limitée sans éclatement de la goutte	Taylor, 1934 ; Grace, 1982
Cisaillement simple : $\lambda \gg 1$	$\theta = \frac{\pi}{4} - 0,6Ca$ (D)	- Bulle dans sirop de maïs sans TA : $118 \leq \eta_c \leq 137$ Pa.s	- Orientation des gouttes (Prédiction théorique et confirmation expérimentale)	Rallison, 1980 ; Guido et Greco, 2001 ;  Rust et Manga, 2002
$\lambda \ll 1$				

Guido et al. (1999) ont étudié expérimentalement la déformation et les paramètres de forme des gouttes dispersées dans une phase continue sous cisaillement simple, les deux phases étant newtoniennes. Ils ont confronté leurs résultats à des calculs numériques : la forme de la goutte prédite par la théorie n'est pas totalement identique à celle obtenue par visualisation optique (figure II. 3).

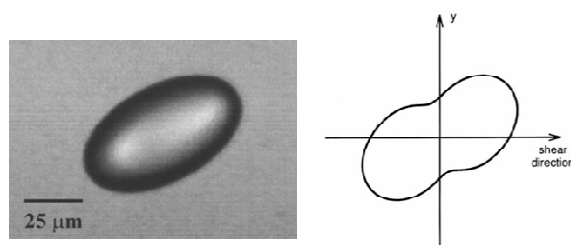


Fig. II. 3. Comparaison entre les formes observée et calculée d'une goutte à un capillaire élevé ( $Ca = 0,3$ ) (Guido et al., 1999)



D'après Canedo et al (1993) dans le cas de faibles déformations, pour un fluide de viscosité élevée, la bulle s'oriente selon son grand axe dans la direction de l'écoulement sous une forme ellipsoïdale (Fig. II. 4).

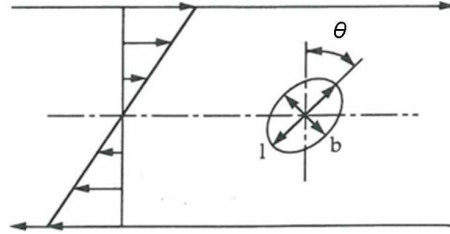


Fig. II. 4. Déformation des bulles en cisaillement simple ( $Ca \ll 1$ ) (d'après Canedo et al., 1993)

### I. 1. 2. Cas des déformations élevées : $Ca \gg 1$

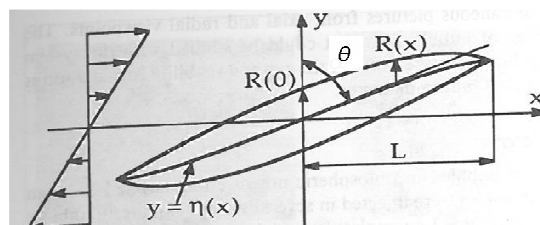
A de fortes déformations, l'objet déformé n'est plus considéré comme une sphère légèrement perturbée, mais elle subit une elongation avec des extrémités pointues ( $L \gg d$ ), où l'on assiste parfois à l'éclatement des gouttes (Rumscheidt et Mason, 1961 et 1962 ; Dalmazzone, 2000). Dans le cas de fortes déformations, la théorie des corps minces « *Slender-body theory* » a été suggérée par Taylor (1964). Dans ce cas, l'objet est assimilé à une singularité dans un écoulement hyperbolique bidimensionnel.

Le tableau II. 2 résume les principales relations obtenues pour les fortes déformations et l'angle d'orientation des gouttes ou des bulles dans un écoulement à cisaillement simple.

Tableau II. 2. Déformation forte ( $Ca \gg 1$ ;  $L \gg d$ ) dans un écoulement à cisaillement simple

Type d'écoulement	Déformation et orientation	Conditions	Commentaires	Références
Cisaillement simple : $\lambda \ll 1$ ;	$\frac{L}{d} \cong 3.45Ca^{1/2}$ (E)  $Ca_c = 0.05\lambda^{-2/3}$ (F)	Sirop de maïs, pas de TA, $118 \leq \eta_c \leq 137$ Pa.s	- Déformation par élongation des gouttes et des bulles supposées de forme circulaire en section transversale	Hinch and Acrivos, 1980 ; Rust and Manga, 2002; Stegeman, 2002
Cisaillement simple : $\lambda \ll 1$ ;  $Re \ll 1$	$\frac{L}{d} \cong 3.1Ca^{0.43}$ (G)	Huile 1 et 2 : 25 et 85,4 Pa.s ;  Pas de TA, $118 \leq \eta_c \leq 137$ Pa.s	- Déformation par élongation des bulles d'air dans l'huile de poly-butène. - Bulles supposées de forme elliptique en section transversale	Canedo et al., 1993  Rust and Manga, 2002
Cisaillement élongationnel: $\lambda \ll 1$	$Ca_c = 0.15\lambda^{-1/6}$ (H)			Hinch and Acrivos, 1980; Stegeman, 2002
Cisaillement simple : $\lambda \gg 1$ ;	$\theta = \frac{\pi}{4} - \frac{1}{2} \arctan\left(\frac{19\lambda Ca}{20}\right)$ (I)		- Relation non linéaire entre $\theta$ et $Ca$ ; orientation des gouttes ;	Cox, 1969
Cisaillement simple : $\lambda \ll 1$	$\theta = \arctan(0.359Ca^{-0.75})$ (J)	Huile 1 et 2 : 25 et 85,4 Pa.s ;  Pas de TA, $118 \leq \eta_c \leq 137$ Pa.s	- Inclinaison du grand axe de la goutte et la bulle par rapport à celle du cisaillement	Hinch and Acrivos, 1980;  Canedo et al., 1993; Rust et Manga, 2002
Cisaillement simple dans un écoulement visqueux : $\lambda \gg 1$	$\theta = \frac{1}{2} \arctan\left(\frac{f_1}{Ca}\right)$ avec $f_1 = \frac{40(\lambda+1)}{(2\lambda+3)(19\lambda+16)}$ (K)		- Agrégat de gouttes avec orientation elliptique	Maffettone and Minale, 1999

Selon Hinch et Acrivos (1980) et Canedo et al. (1993), la géométrie de l'objet déformé dans un écoulement à cisaillement simple est décrite par la position de l'axe centrale de l'objet et de son rayon (Figure II. 5).

Fig. II. 5. Déformation des bulles en cisaillement simple à  $Ca \gg 1$  (d'après Canedo et al., 1993)

Les travaux de Canedo et al. (1993) sont focalisés sur la mesure expérimentale de la déformation des bulles d'air dispersées dans deux types d'huile de poly-butène (PB24 et PB32 de viscosités respectives 25 et 85,4 Pa.s) dans un système de cylindres concentriques de type couette (Figure II. 6). Les deux cylindres tournent en contresens : pour des faibles vitesses de rotation, il se produit dans l'entrefer une faible couche stagnante soumise à un gradient de vitesse. Pour un entrefer faible ( $\Delta R/R_m \ll 1$ ), le taux de cisaillement est constant et donné par :

$$\dot{\gamma} \approx (\Omega_1 + \Omega_2) \frac{R_m}{\Delta R} \quad (\text{II. 6})$$

Avec  $\Omega_1$  et  $\Omega_2$  les vitesses angulaires respectivement du cylindre interne et externe et  $R_m$  correspond au rayon moyen entre les deux cylindres.

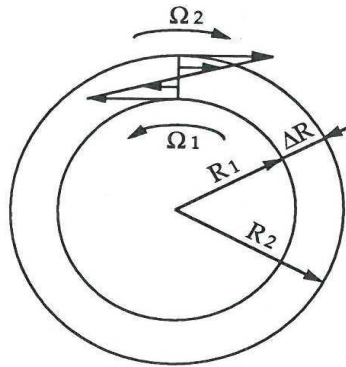


Fig. II. 6. Ecoulement de type couette sous un cisaillement simple, vue de section transversale :  $R_1 = 105,5$  mm,  $\Delta R = 9,3$  mm (Canedo et al., 1993).

Le comportement des bulles de gaz injecté dans l'entrefer a été suivi et photographié en vue de face et de dessus à l'aide de deux caméras. Les auteurs ont constaté que les sections transversales « cross-sections » de la bulle sont elliptiques (Figure II. 7).

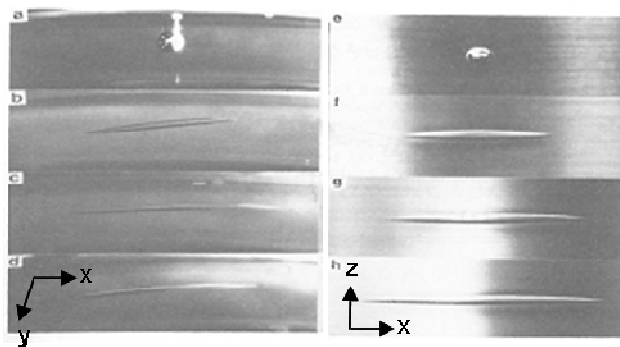


Fig. II. 7. Déformation des bulles d'air dans l'huile PB24 ( $\eta_c = 25$  Pa.s) : vue de dessus (x, y) : (a)  $Ca=0$  ; (b)  $Ca=3,9$ ; (c)  $Ca=8$ ; (d)  $Ca=11$ ; vue de face (x, z) : (e)  $Ca=0$  ; (f)  $Ca=3,8$ ; (g)  $Ca=6$ ; (h)  $Ca=11$  (d'après Canedo et al., 1993)

Les images montrent l'évolution de la forme de la bulle en fonction du nombre  $Ca$ . Canedo et al. (1993) ont observé que plus le nombre  $Ca$  augmente, plus les bulles s'allongent et deviennent minces ; en outre, leur angle d'inclinaison par rapport à l'axe  $x$  diminue, en s'orientant dans la direction de l'écoulement. Ceci est en accord avec les prédictions de Hinch et Acrivos (1980) concernant la forme en « S » de la goutte déformée (Figure II. 5) qui est dépendante de la position et l'orientation de la goutte dans le fluide. Néanmoins, les vues de face montrent que les sections transversales des bulles sont elliptiques contrairement à l'hypothèse circulaire de Hinch et Acrivos. Il est intéressant de noter que l'intensité de la déformation peut être prédite par les modèles établis (E et G) dans le Tableau II. 2. Par exemple la relation (G) permet de prédire les résultats expérimentaux dans le domaine de  $0 \leq Ca \leq 11$ . La même démarche est utilisée pour étudier la déformation des bulles dans un fluide de viscosité supérieure (85,4 Pa.s) : les résultats sont similaires pour un domaine plus large du nombre  $Ca$  ( $7 < Ca < 48$ ). Dans ce cas également, la relation (G) permet de prédire la déformation des bulles.

Rust et Manga (2002) se sont également intéressés à la déformation d'une bulle en régime laminaire sous un cisaillement simple mais dans une solution de sirop de maïs de viscosité très élevée (118 et 137 Pa.s) en l'absence de tensioactif. Pour réaliser leurs expériences, ils ont utilisé un dispositif à bandes parallèles nommé également dispositif de Taylor qui génère un écoulement de cisaillement simple. Les bulles d'air sont injectées à l'aide d'un système seringue-aiguille. A l'aide d'un système de caméras, la forme, l'orientation et la déformation des bulles ont été suivies et photographiées. Ainsi les auteurs ont montré que pour des valeurs de  $D = 0,94$  correspondant à  $L/d = 32$ , il n'était pas possible d'atteindre la rupture des bulles ni pendant le cisaillement ni durant la relaxation. D'après leurs résultats, pour  $0,02 \leq Ca \leq 7,1$  les bulles restent sphéroïdales et la transition entre les faibles déformations décrites par l'équation (A) (Tableau II. 1) et les fortes déformations décrites par l'équation (E) (Tableau II. 2) est observée.

Müller-Fischer et al. (2008) ont mené des études non seulement sur la déformation mais aussi la rupture des bulles d'air sous un cisaillement simple. Deux types de fluides newtoniens (sirop de glucose et huile de silicone) ont été utilisés comme phase continue. Pour l'étude expérimentale, ils ont utilisé un système de type couette (Figure II. 8 a). Dans ce cas, le cisaillement est généré uniquement par la rotation du cylindre interne de diamètre 117,5 mm et de hauteur de 250 mm, fabriqué en polychlorure de vinyle (PVC). Tandis que, le cylindre externe de 141 mm de diamètre et 300 mm de hauteur, en plexiglas est immobile.

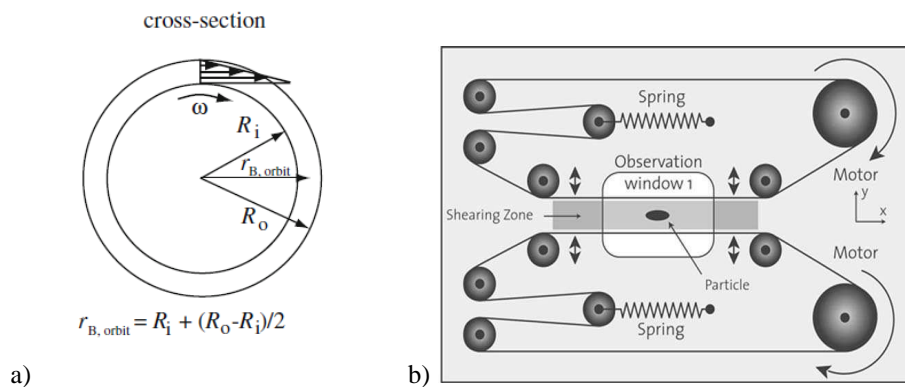


Fig. II. 8. Vue de dessus du système (a) couette et (b) à bandes parallèles (d'après Müller-Fischer et al., 2008)

Les auteurs ont également utilisé un autre dispositif pour le suivi de la déformation et la rupture des bulles : il s'agit d'un système à bandes parallèles (Figure II. 8(b)). Il se compose de deux bandes métalliques qui se déplacent autour de plusieurs rouleaux. Le mouvement des rubans est commandé indépendamment par deux moteurs au moyen d'un ordinateur de contrôle. Ainsi en utilisant l'analyse d'images, il est possible d'ajuster le mouvement du ruban afin de maintenir la bulle observée à la position voulue. Par conséquent, la déformation de bulle cisailée peut être observée avec précision. Les bulles sont photographiées avec une caméra CCD. Les bulles d'air sont placées entre les deux bandes en utilisant une seringue appropriée. Le comportement des bulles isolées cisailées ou relaxées est visualisé dans un écoulement en régime laminaire (Fig. II. 9). La figure II. 9a montre l'évolution de la déformation des bulles dans ce système. Il apparaît que dès que la contrainte de cisaillement est exercée, la bulle subit une déformation transitoire lui permettant de passer de sa forme sphérique à sigmoïdale avec des extrémités pointues (images 1 à 5) via une forme elliptique. Dans le même temps, le grand axe de la bulle s'aligne de plus en plus dans le sens de l'écoulement ( $0^\circ < \theta < 45^\circ$ ). L'état où la bulle est sous un cisaillement constant est caractérisé par un alignement et une déformation maximale (image 5). Lors de l'arrêt du mouvement des bandes, les bulles se relaxent (images 6-9) et l'angle d'inclinaison s'approche de nouveau à  $45^\circ$ . Les auteurs ont montré que le processus de relaxation est approximativement l'inverse de celui de la déformation.

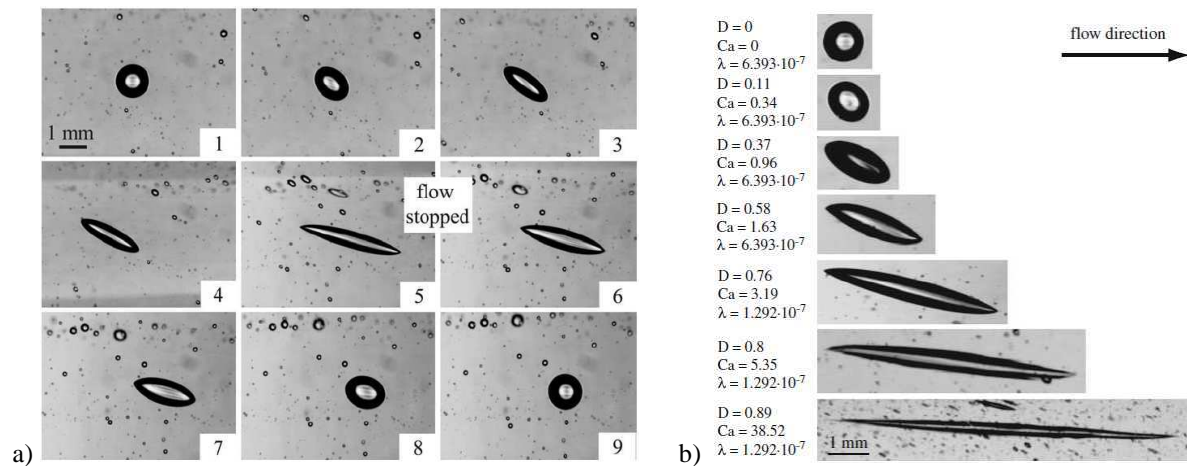


Fig. II. 9. (a) Déformation (images 1-5) et relaxation (images 6-9) des bulles dans un écoulement de cisaillement simple (bandes parallèles ; sirop de glucose 11160,  $\lambda = 6 \times 10^{-7}$ ,  $\gamma = 10,5 \text{ s}^{-1}$ ) ; (b) : Paramètre de déformation  $D$  et l'orientation des bulles à différents  $Ca$  (d'après Müller-Fischer et al., 2008).

La déformation maximale sous contrainte constante et l'alignement des bulles à différents  $Ca$  sont représentés dans la figure II. 9b. Il ressort de cette figure que l'augmentation du nombre  $Ca$  engendre l'augmentation de la déformation  $D$ , alors que l'angle d'orientation tend vers  $0^\circ$  pour les fortes contraintes de cisaillement ( $Ca = 38$ ). Dans ces conditions, la forme sigmoïdale et les extrémités pointues des bulles deviennent de plus en plus prononcées.

### I. 1. 3. Rupture : $Ca = Cac$

Une déformation ne conduit pas toujours à la rupture. Lorsque c'est le cas on distingue deux types de rupture : *division binaire* ou « *total break-up* » qui forme deux gouttes semblables et éventuellement des petites gouttes satellites, et la *rupture aux extrémités* ou « *tip-streaming* » qui forme en général de fines gouttelettes (Tableau II. 3).

Tableau II. 3. Rupture de gouttelettes sous différentes conditions d'écoulement (selon Rumscheidt et Mason, 1961 ; Dalmazzone, 2000)

Mode d'écoulement	Conditions	Type de rupture
a) Cisaillement simple	Gradient faible ; $\lambda$ faible	
b) Cisaillement simple	Gradient élevé ; $\lambda$ faible	
d) Ecoulement hyperbolique	$\lambda$ faible	

Les principales conclusions concernant la rupture des gouttelettes dans un écoulement du type cisaillement simple (Grace, 1982 ; Bentley et Leal, 1986 ; De Bruijn, 1993) ont été résumées

par Janssen et al. (1994a) dans la Figure II. 10. Cette figure décrit l'évolution du nombre  $Ca$  en fonction du rapport de viscosité  $\lambda$ .

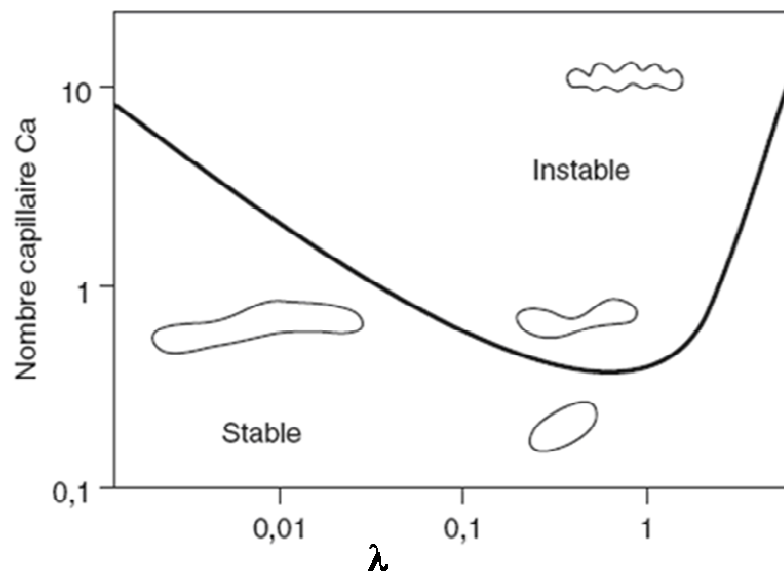


Fig. II. 10. Rupture des gouttelettes en écoulement de cisaillement simple (d'après Janssen et al., 1994a)

On constate qu'indépendamment de la nature de la rupture (binaire ou par extrémité) plus le rapport de viscosité entre deux phases est faible plus le capillaire critique correspondant à la rupture de l'objet est grand. Plus récemment Müller-Fischer et al. (2008) ont étudié la rupture des bulles isolées dans un fluide Newtonien dans un système couette sous cisaillement simple. D'après les auteurs, la rupture se fait par extrémité en donnant naissance à des bulles filles de petites tailles, qui s'orientent à leur tour dans le sens de cisaillement (Figure II. 11).

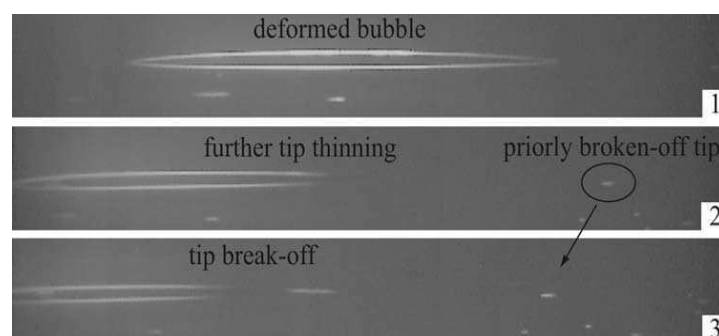


Fig. II. 11. Bulles d'air avant et au moment de la rupture dans un cisaillement simple ( $\lambda = 1,96.10^{-7}$ ;  $Ca_c = 33,7$ ) (D'après Müller-Fischer et al., 2008)

Walstra (2003) a reproduit un diagramme de stabilité généralisé à tous les types d'écoulements bidimensionnels (Figure II. 11). Ce diagramme est établi en régime laminaire

pour différentes valeurs du paramètre  $\alpha$ . Ce paramètre permet d'étendre l'analyse de la déformation et rupture à des écoulements réels qui ne sont ni purement cisaillants ni purement élongationnels. Quand  $\alpha=0$ , l'écoulement est un cisaillement simple et il vaut 1 lorsque l'écoulement est élongationnel pur (hyperbolique). Le régime d'écoulement peut être intermédiaire c'est-à-dire  $0 < \alpha < 1$ .

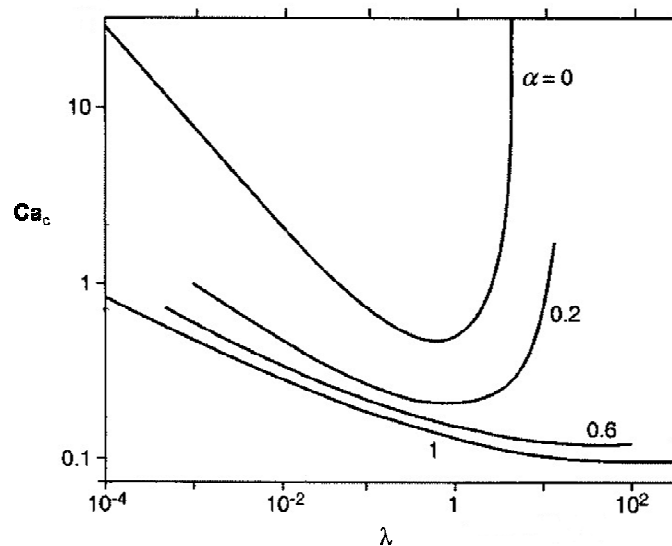


Fig. II. 11. Diagramme de stabilité d'une bulle ou goutte soumise à un écoulement laminaire, le paramètre «  $\alpha$  » mesure le taux d'élongation (d'après Walstra, 2003).

A l'aide de ce diagramme, Walstra (2003) a montré que la rupture d'une goutte isolée est favorisée lorsque  $\lambda \leq 1$  et quand  $\alpha$  est faible, mais aussi lorsque l'écoulement tend vers l'élongation pure ( $\alpha \rightarrow 1$ ). On constate que la rupture est impossible si  $\alpha = 0$  et  $\lambda \gg 1$ , mais que l'introduction d'un faible taux de caractère élongationnel (0,1 - 0,2) entraîne une réduction substantielle de  $Ca_c$ , lorsque  $\lambda \ll 1$  (cas des bulles). On note plus globalement que le nombre  $Ca_c$  est plus petit dans un écoulement hyperbolique que dans celui de cisaillement simple. De plus, dès que  $\alpha > 0,5$ , il n'y a plus la limitation due à la viscosité de la phase dispersée pour des  $\lambda \gg 1$ .

## II. Effet des tensioactifs

Les agents tensioactifs jouent des rôles très variés dans le processus de dispersion liquide-liquide, gaz-liquide. Certains effets comme l'abaissement de la tension de surface ou tension interfaciale sont bien identifiés, mais leurs effets sur la déformation et la rupture des gouttes ou des bulles par exemple sont peu étudiés.



## II. 1. Impact sur la dispersion et la coalescence

Les agents tensioactifs sont indispensables pour disperser deux phases non miscibles : huile dans eau (H/E), eau dans huile (E/H), air dans eau (A/E). Quand un tensioactif s'adsorbe à l'interface d'une bulle ou d'une goutte, il se produit une réduction de la tension de surface ou interfaciale facilitant ainsi la dispersion d'une phase dans l'autre. Le processus de transfert d'un tensioactif de la solution vers l'interface de l'objet (goutte ou bulle) comporte deux étapes : une dynamique (transfert vers cette interface) et l'autre qui correspond à l'accumulation et au réarrangement des molécules sur cette interface aboutissant à la valeur à l'équilibre. On notera que les opérations d'émulsification et de foisonnement se déroulent souvent pendant la phase dynamique de transfert du tensioactif à l'interface. La présence de surfactants permet également de stabiliser l'objet en réduisant la coalescence par l'effet de Gibbs-Marangoni (Dalmazzone, 2000 ; Walstra, 2003).

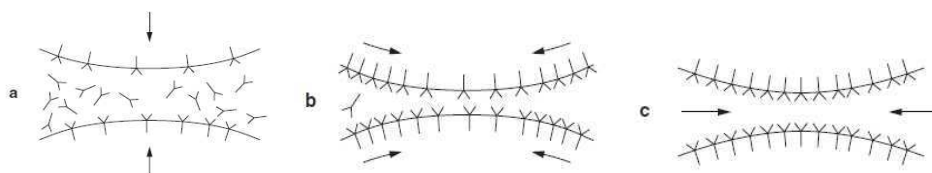


Fig. II. 12. Schéma de l'effet Gibbs-Marangoni sur deux gouttelettes qui se rapprochent pendant l'émulsification. (d'après Walstra, 2003).

Comme le montre la Figure II. 12, lorsque deux bulles se rapprochent, l'interface se dilate et l'adsorption de tensioactif diminue (effet Gibbs). Au point le plus proche entre les deux bulles, l'objet n'est donc pas totalement couvert par le tensioactif pour être saturé (Fig. II. 12a). Il existe alors un gradient de tensioactif à la surface de bulle entre la zone dilatée et la zone voisine qui va entraîner un réarrangement des molécules adsorbées (Fig. II. 12b). Ce réarrangement induit un écoulement du liquide du film (effet Marangoni) et éloigne ainsi les deux bulles ce qui contribue à la diminution de la coalescence (Fig. II. 12c).

## II. 2. Impact sur la déformation et la rupture

L'effet d'un tensioactif ne se résume pas à l'abaissement de la tension de surface ou interfaciale et à la prévention des phénomènes de coalescence. La figure II. 13, montre une illustration d'adsorption de molécules tensioactives à l'interface d'une goutte. Ces espèces par leur mobilité aux interfaces et leurs propriétés de cohésion et de viscoélasticité de surface

entraînent l'apparition d'un gradient de tension de surface et par conséquent la déformation progressive jusqu'à la rupture.

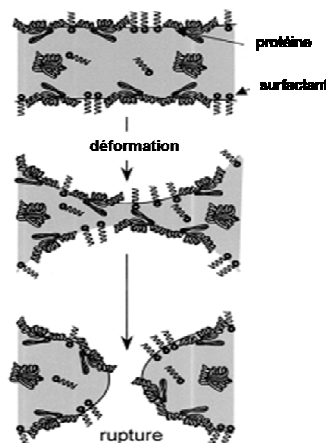


Fig. II. 13. Représentation schématique de l'effet l'adsorption compétitive des protéines et des surfactants sur la déformation et la rupture des gouttes (Wilde, 2000).

D'après Koshy et al. (1988), Stone et Leal (1990), Janssen et al. (1994b) et Walstra (2003), la déformation d'une goutte sous l'effet d'un gradient de tension de surface, génère un déplacement du tensioactif sur la surface de l'objet de la région de forte concentration vers la région de faible concentration favorisant ainsi la rupture par extrémité. Cependant dans le cas d'un cisaillement simple, De Bruijn (1993) a démontré que la rupture des gouttes par extrémité ne se produit qu'à de faibles concentrations (ou diluées) en tensioactif. En revanche, Eggleton et al. (2001) montrent par simulation numérique qu'en présence du tensioactif dans un écoulement élongationnel, la rupture par extrémité des gouttes reste le mécanisme prépondérant quelque soit la concentration en tensioactif. L'effet de la concentration à l'équilibre sur la rupture de la goutte par extrémité est représenté sur la figure II. 14.

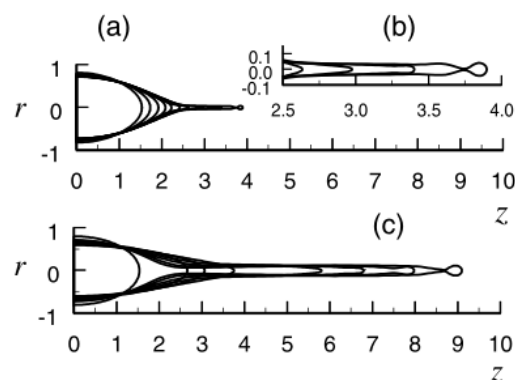


Fig. II. 14. Evolution de la forme sphéroïdale de la goutte jusqu'à sa rupture par extrémité : (a) faible concentration; (b) agrandissement de la forme de l'extrémité de la goutte représentée en (a); (c) forte concentration (Eggleton et al., 2001).

D'après les auteurs, pour de faibles concentrations, un flux convectif tangent à la surface de goutte est créé, induisant ainsi une région d'interface appauvrie en tensioactifs (centre

équatorial de la goutte :  $z = 0$ ) et une zone riche en molécules tensioactives proche des extrémités de la goutte (Fig. II. 14a). Par conséquent, la tension de surface au centre de la goutte demeure proche d'une interface exempte de tensioactif qui œuvre contre la déformation tandis qu'au niveau des extrémités de la goutte, la tension de surface est réduite, ce qui favorise la déformation et facilite la rupture en petite gouttelettes filles. L'augmentation de la concentration ne modifie pas fondamentalement le mécanisme de déformation mais agit par contre sur l'intensité de la déformation et la taille des gouttes filles (Fig. II. 14c).

Dans le cas des interfaces faiblement saturés, la présence du tensioactif peut favoriser la rupture même à de faibles contraintes (Stegeman, 2002). A l'opposé, Janssen et al (1994b) ont rapporté que la rupture des gouttes, en dessous de la concentration micellaire critique ( $cmc$ ) en émulsifiant, nécessite des contraintes de cisaillement beaucoup plus élevées par rapport à celles au dessus de la  $cmc$ . Dans le cas des interfaces fortement saturées, la déformation et la rupture peuvent être entravées par l'effet de Gibbs-Marangoni (Janssen et al., 1994b ; Stegeman, 2002).

Pour ce qui concerne l'influence du type de tensioactif, Williams et al. (1997) ont rapporté que la  $\beta$ -caséine (protéine flexible) favorise la formation de couches multiples qui améliore l'élasticité interfaciale. En revanche, les protéines globulaires telles que la  $\beta$ -lactoglobuline à concentration élevée (supérieure à 0,1 g/l) favorisent la formation d'un film très rigide autour des gouttes, qui peut œuvrer contre la rupture. Il faut cependant noter que la cinétique d'adsorption de la molécule tensioactive dépend du mode de transport diffusionnel ou convectif de ces molécules (Janssen et al., 1994b ; Stegeman, 2002), de l'isotherme d'adsorption (Stone et Leal, 1990), et de la solubilité de l'agent émulsifiant (Janssen et al., 1994b, Milliken et al, 1994, Stegeman, 2002).

En conclusion, il est difficile de savoir dans quelle mesure la plupart de ces résultats peuvent être appliqués aux bulles qui correspondent à un domaine de  $\lambda$  très faibles ( $\lambda \ll l$ ) non couvert par ces travaux. On peut cependant supposer que le mode de rupture indépendamment de la migration des protéines vers la surface des bulles soit la rupture par extrémité (élongation puis rupture). En revanche, peu d'informations existent sur la cinétique d'adsorption des protéines et de l'évolution du paramètre « excès de surface » ( $\Gamma$  en  $\text{mg/m}^2$ ). Cette grandeur correspond à la quantité des molécules tensioactives adsorbées par unité de surface de bulle ou encore à la concentration locale en tensioactifs pour former une monocouche ou une multicouches de protéines.

### III. Effet des propriétés rhéologiques

Il est important de tenir compte de l'effet de la rhéologie du fluide sur la déformation des bulles. D'après la définition du nombre capillaire, pour un fluide Newtonien, l'augmentation du gradient de vitesse conduit à la diminution de la taille de goutte ou la bulle. Cet effet n'est pas toujours vérifié lorsque la viscosité du fluide diminue (cas des fluides non newtoniens) quand le gradient de vitesse augmente.

Un autre paramètre qui intervient dans le mécanisme de rupture est le caractère élastique du milieu continu et de la phase dispersée. La majorité des travaux expérimentaux sur la rupture dans des fluides viscoélastiques concernent des gouttelettes et rarement des bulles. Par ailleurs, le cas des gouttelettes viscoélastiques dans les fluides newtoniens est le plus fréquent. Mighri et Huneault (2001) ont étudié dans un système Couette transparent les mécanismes de déformation et rupture des gouttes à caractère newtonien et viscoélastique dans un fluide newtonien (Figure II. 15).

Dans un fluide newtonien sous l'effet de la contrainte de cisaillement une goutte de caractère newtonien (Figure II. 15a) se déforme progressivement dans le sens de l'écoulement (image 3). L'augmentation de la contrainte entraîne également l'étirement de la goutte (image 4) qui finit par se rompre en donnant naissance à de fines gouttes satellites (image 5). Par contre, pour une goutte élastique (Figure II. 15b), lorsque la contrainte de cisaillement augmente, la goutte se déforme d'abord dans le sens de l'écoulement (images 2 et 3), puis dans le sens perpendiculairement (image 5). D'après les auteurs, la différence de comportement observé entre les deux cas peut être reliée à l'augmentation des contraintes normales par rapport à celle tangentielle en raison du caractère viscoélastique de la goutte.

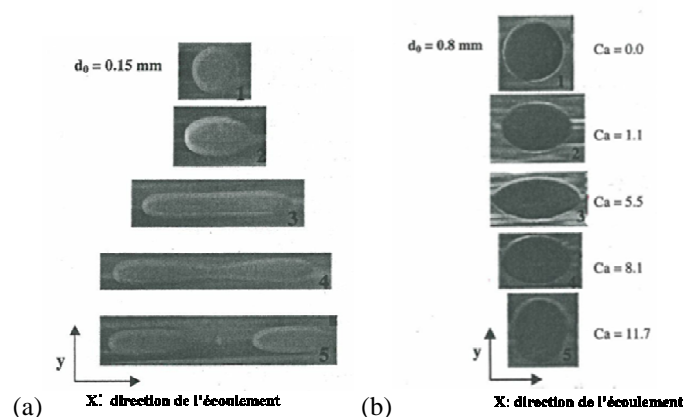


Fig. II. 15. Déformation d'une goutte (a) newtonienne ( $\lambda = 4$  ;  $\sigma = 0,015$  N/m) et (b) viscoélastique ( $\lambda = 1,3$  ;  $\gamma = 0,003$  N/m) dans une matrice newtonienne à différents taux de cisaillement (Mighri et Huneault, 2001)

On peut également citer les travaux de Migler (2000) où l'auteur a étudié, par cisaillement simple, la déformation d'une goutte viscoélastique dans une matrice newtonienne à caractère viscoélastique : le fluide de Boger, (polydimethylsiloxane, PDMS). Le rapport de viscosité  $\lambda$  entre deux les phases étant égal à 0,6. Il a montré que dans le cas de faibles gradients de cisaillement et pour des gouttes de faible diamètre, l'alignement des gouttes se fait dans la même direction que l'écoulement. Tandis que pour les gouttes de grand diamètre et à fortes contraintes, l'élongation des gouttes se fait dans la direction normale à l'écoulement. Ce dernier phénomène est dû à l'élasticité de la phase dispersée. Des résultats similaires ont été obtenus par Levitt et al. (1996).

#### **IV. Comportement d'une bulle dans une dispersion gaz-liquide concentrée**

Lorsque la fraction volumique du gaz devient importante, les interactions bulles-bulles ne sont plus négligeables et sont susceptibles de modifier les mécanismes de déformation et de rupture. En effet lorsque la fraction volumique de la phase dispersée est importante la coalescence dynamique est favorisée. Cependant, la présence de tensioactifs permet de réduire ce phénomène (Dalmazzone, 2000 ; Walstra, 2003). Toutefois, la nature et la taille du tensioactif influence sa migration à l'interface, il est donc difficile d'estimer sa concentration à cette interface (par rapport à celle de l'équilibre) pendant l'opération de dispersion. N'ayant pas accès à cette valeur, les auteurs utilisent souvent la valeur correspondante à l'équilibre pour estimer le nombre capillaire. En effet, la plupart des travaux sur le foisonnement utilisent l'approche fondée sur un nombre Capillaire critique  $Ca_c$  dans le cas d'une bulle isolée pour le cas des dispersions concentrées. On peut citer les travaux de Balerin et al. (2007), sur le foisonnement en continu d'un milieu modèle (sirop de glucose) dans un système rotor/stator. Les auteurs suggèrent qu'il suffit de corriger la viscosité de la phase continue en fonction de la température pendant l'opération de foisonnement pour estimer  $Ca_c$ . Cependant, cette hypothèse ne peut pas être généralisée, car la mousse formée à partir d'une phase continue newtonienne pendant l'opération de mélange, présente un comportement viscoélastique, donc la viscosité apparente change en fonction de la vitesse d'agitation.

Janssen et al. (2001) ont étudié la rupture des gouttes dans des émulsions (H/E) concentrées. La phase dispersée étant de l'huile de silicone, tandis que, la phase aqueuse est composée d'un mélange de constituants. Lors de la dispersion de l'huile de silicone dans la phase aqueuse, les auteurs ont remplacé la viscosité de la phase continue par celle de

l'émulsion pour estimer le  $Ca_c$ . Les auteurs ont repris la courbe de Grace (1982) identique à celle représentée sur la figure II. 10 avec un nombre *Capillaire* et un rapport de viscosité modifiés :

$$Ca^* = \tau_{em} a / \sigma \quad (II.7)$$

$$\lambda^* = \eta_d / \eta_{em} \quad (II. 8)$$

Où  $\tau_{em}$  et  $\eta_{em}$  sont respectivement la contrainte exercée par l'émulsion et la viscosité de l'émulsion. Les auteurs ont précisé qu'il existe un facteur 100 sur la valeur de  $Ca_c$  par rapport à celle donnée par Grace, pour une fraction volumique de la phase dispersée  $\phi$  égale à 70%.

Djelveh et al (1998), Hanselmann and Windhab (1999), ainsi que Thakur et al. (2003a, 2003b et 2005) et Labbafi (2006) ont opté pour une démarche similaire dans le cas du foisonnement en continu des émulsions alimentaires en estimant une viscosité apparente de la mousse par une mesure de couple pendant l'opération. Ces auteurs ont montré que  $Ca_c$  reste relativement indépendant des conditions opératoires ( $N$ ,  $L$ ,  $G$ ) pour une formulation donnée, mais qu'il dépend fortement de la formulation de la phase continue. Les valeurs de  $Ca_c$  estimées sont souvent comprises entre 0,4 et 1,2 en fonction de type de l'émulsion employée (Labbafi, 2006). Thakur et al. (2004) et Labbafi, (2006), ont utilisé l'analogie de couette virtuelle pour estimer le gradient moyen de cisaillement et la viscosité de la mousse à la place de celle de la phase continue. D'après les auteurs, la dépendance de  $Ca_c$  à la formulation s'explique principalement pour deux raisons : les effets de l'élasticité de la phase continue ne sont pas pris en compte dans l'expression du nombre  $Ca_c$ ; de plus, la tension de surface est une propriété à l'équilibre, alors que ce sont les propriétés de transport (dynamique) qui devraient intervenir dans le processus de la rupture. La même constatation a été faite par Edward et al. (1991).

Le processus de rupture des bulles dans des mousses cisillées reste mal compris par analogie au cas d'émulsions concentrées (Mason et Bibette, 1997 ; Janssen et al., 2001 ; Mabille et al., 2003). Deux raisons principales semblent expliquer cette rareté: tout d'abord, le taux de vide élevé de la phase dispersée dans les mousses conduit à de très fortes interactions dynamiques entre les bulles qui affectent à leur tour la distribution de taille des bulles, ce qui rend très difficile le transfert de connaissance des essais sur les bulles isolées aux mousses. Deuxièmement, la viscosité dynamique de la phase gaz dans les mousses est très faible, par

conséquent, la déformation de bulles sous l'action de la contrainte visqueuse de la phase continue ne conduit pas immédiatement à la rupture des bulles.

Golemanov et al. (2008) ont effectué une étude expérimentale sur la rupture des bulles dans des mousses chargées en deux étapes consécutives (Fig. II. 16). Durant l'étape 1, la mousse est cisailée dans un rhéomètre à contrainte ou taux de cisaillement imposé(e) entraînant la rupture des bulles. Ce qui se traduit par l'augmentation de la contrainte du cisaillement à taux constant ou la diminution du taux de cisaillement à contrainte constante parce que la contrainte de cisaillement d'une mousse cisailée est inversement proportionnelle à la taille moyenne des bulles. Pendant la seconde étape, la mousse est cisailée graduellement des taux de cisaillement élevés aux taux faibles afin de pouvoir caractériser son comportement rhéologique.

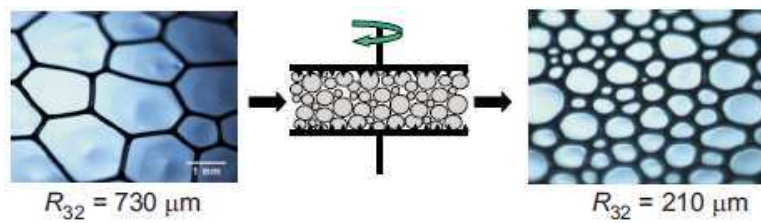


Fig. II. 16. Illustration de la rupture des bulles d'une mousse chargée ( $\varepsilon \geq 92\%$ ) sous un cisaillement simple dans un rhéomètre (d'après Golemanov et al., 2008)

Les contraintes de cisaillement, induisant la rupture des bulles dans les mousses stabilisées par différents tensioactifs, sont indépendantes du taux de vide ( $\varepsilon > 90\%$ ) et de la viscosité de la phase continue. Ces contraintes sont exprimées par le nombre  $Ca_c$  qui vaut 0,40. En outre, il n'y a pas de rupture observée des bulles dans le cas où  $\tau(R) = \tau R / \sigma < \tau_{cr}$ . Deux types de rupture ont été déterminés. La rupture lente (une dizaine de minutes) a lieu quand 5 à 10% v/v des bulles sont soumises à une contrainte de cisaillement:  $\tau(R) = \tau R / \sigma > \tau_{cr}$ . Tandis que la rupture rapide (quelques secondes) s'est produit quand 50% v/v des bulles sont soumises à des contraintes de cisaillement moyennes:  $\tilde{\tau}(R) = \tau R / \sigma > \tau_{cr}$ . La cinétique de rupture dépend largement de la polydispersité des bulles. De ce fait, la rupture rapide a été favorisée quand la mousse était polydisperse plutôt que monodisperse. Les auteurs ont conclu qu'à cause des interactions entre les bulles voisines, la rupture des bulles dans les mousses est beaucoup plus facile comparée à celle d'une bulle isolée dans un fluide newtonien sous un écoulement cisailant (Figure II. 17).

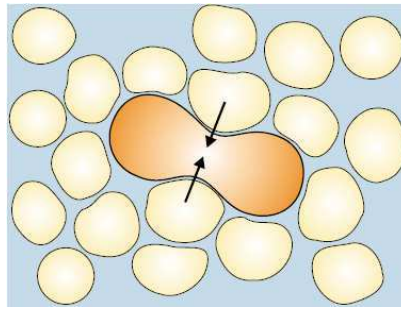


Fig. II. 17. Représentation schématique du processus de rupture dans les mousses concentrées cisailées  
(D'après Golémanov et al., 2008)

L'effet important d'interaction entre les bulles ne peut pas être expliqué par le simple remplacement de la viscosité de la phase continue (dans le cas d'une bulle) par celle de la mousse, mais est plutôt lié au phénomène d'instabilité capillaire de la rupture.

## V. Conclusion

La rupture d'un objet (goutte ou bulle) peut être décrite par le nombre Capillaire, lorsque cette opération est conduite en régime laminaire. En effet, ce nombre permet de rassembler l'effet de paramètres tels que la tension de surface, la viscosité et la contrainte de cisaillement sur la rupture d'un objet. Les paramètres de forme ( $D$ ,  $L/di$ ) et l'orientation ( $\theta$ ) des bulles ou des gouttes sont souvent exprimés en fonction du nombre Capillaire ( $Ca$ ). Dans le cas de faibles déformations ( $Ca \ll 1$ ), l'objet est assimilé à une sphère légèrement perturbée sans subir d'éclatement et son orientation lui confère une forme ellipsoïdale. Tandis que pour de fortes déformations ( $Ca \gg 1$ ), l'objet subit une forte élongation avec des extrémités pointues et il est assimilé à une singularité dans un écoulement élongationnel bidimensionnel. Ainsi, les relations établies entre les paramètres de forme ou d'orientation et le nombre  $Ca$  sont non linéaires. La revue bibliographique a également montré que la rupture, le plus souvent par extrémité, dépend de la concentration, la solubilité, mais aussi de la nature du tensioactif. Le caractère élastique des deux phases influence également la déformation de l'objet. Par ailleurs, comme nous avons présenté en premier chapitre la forme et la configuration des agitateurs influence le taux d'incorporation du gaz c'est-à-dire indirectement la fréquence de rupture alors qu'elles n'affectent pas la taille moyenne des bulles. Notre objectif est donc de mieux expliquer les effets observés à l'échelle du procédé. Il s'agit d'étudier à l'échelle locale la déformation de l'air, un milieu élastique, dans un liquide



newtonien. De plus, cette étude permettra de combler les manques de données expérimentales pour la dispersion gaz liquide dans le domaine de faible rapport de viscosité.

## **B - Matériel et Méthodes**

### **VI. Systèmes de déformation/rupture des bulles**

#### **VI. 1. Formulations**

Les formulations pour l'étude des mécanismes de déformation et rupture des bulles sont les mêmes qui ont été utilisées pour la conduite de l'opération du foisonnement en continu. Leurs compositions ainsi que leurs étapes de préparations ont été déjà citées dans le chapitre 1.

#### **VI. 2. Appareillage de visualisation de la déformation/rupture des bulles**

Une colonne transparente en plexiglas de 470 mm de hauteur et de 35 mm de diamètre externe a été conçue et utilisée pour étudier l'écoulement et la trajectoire des bulles au sein de l'écoulement (Figure II. 18a). La colonne est munie d'un moteur d'agitation de vitesse variable (10 à 1600 tr/min). Afin d'étudier l'influence de la configuration des agitateurs, des agitateurs transparents du même type et de même diamètre que ceux utilisés dans le chapitre 1 ont été conçues (Figure II. 18b). En outre, la colonne peut être équipée d'un deuxième cylindre interne transparent de 31 mm de diamètre (en tant que rotor) pour obtenir un dispositif de type Couette (Figure II. 18c).

L'objectif étant d'étudier la déformation et la rupture des bulles à contrainte imposée dans un écoulement de type cisaillement simple. Quel que soit le système utilisé, une boîte rectangulaire transparente est montée autour de la colonne. Afin d'éviter la diffraction de la lumière due à la forme circulaire du cylindre cette boîte est remplie avec la même solution que celle utilisée dans la colonne. Les bulles d'air sont injectées dans l'entrefer d'épaisseur 2 mm entre les deux cylindres à la température ambiante, au moyen d'une seringue (KD scientifique, USA) reliée à un tube capillaire de diamètre interne 180  $\mu$ m (Postnova Analytics GmbH, Allemagne). L'ensemble du dispositif est éclairé par une source de lumière continue de 500 W (Shanghai Xiang Lamp & Industrial Co, Chine).

Les bulles sont photographiées et les images sont enregistrées au moyen d'une caméra JAI-Pulnix GigE (Edmund Optics Inc., USA) à 150 images/s avec un mode d'exposition via un manuel d'obturation présélectionné. Cette caméra est portée à environ 1 x 1 ou 1 x 4 d'agrandissement (Binning mode). Dans le but d'améliorer les performances d'acquisition

d'images, nous avons également utilisé une autre caméra rapide de type Fastcam SA3 120K (Photron, Japon) qui offre une résolution 1024 x 1024 méga-pixel et peut fonctionner à 2000 images/s.

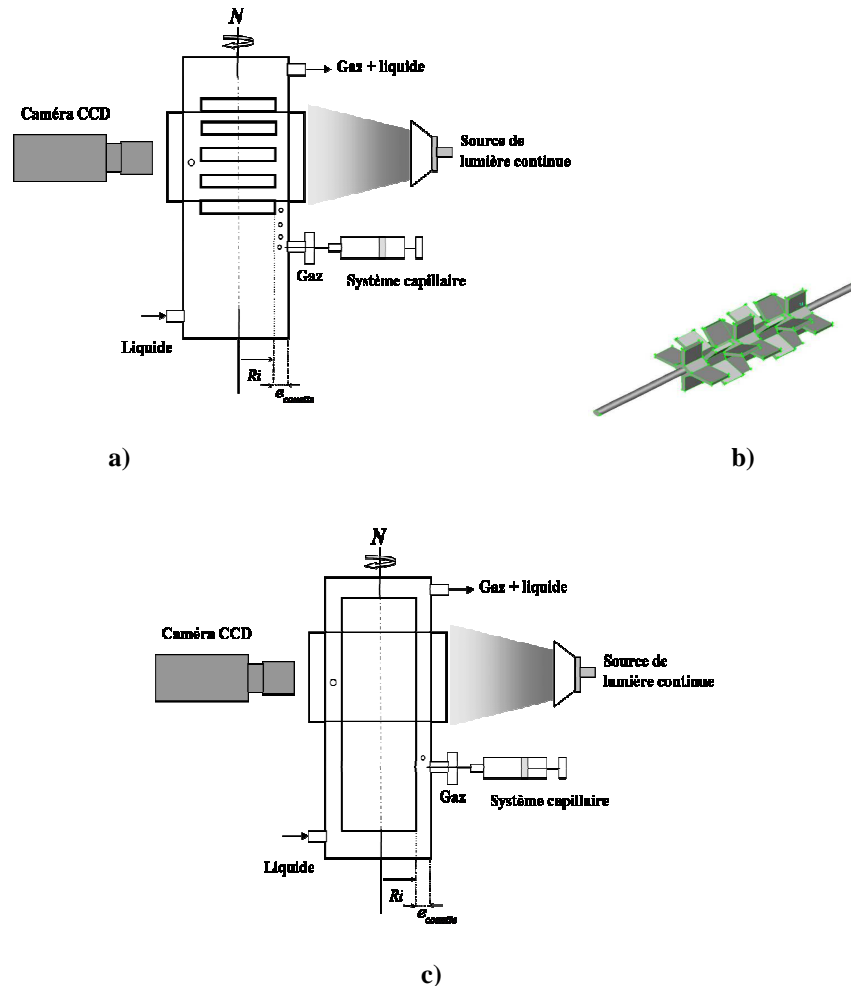


Fig. II. 18. Schéma du système transparent (vue de face) pour : (a) la visualisation de la trajectoire des bulles en fonction de la configuration d'agitateurs transparents et (b) une configuration type. ; (c) visualisation de la déformation et rupture des bulles

Pour étudier l'effet de la configuration, la colonne est équipée avec les pales transparentes dans les différentes configurations étudiées (Tableau I. 4) dans le chapitre 1. Pour mémoire, ce sont les configurations compactes alignée ou décalée et espacées alignée ou décalée. Il s'agit ensuite de visualiser les écoulements générés par les différentes configurations et enregistrer des séquences montrant les trajectoires et la rupture de bulles pour diverses vitesses d'agitation.

Le système Couette est, quant à lui, utilisé dans le but d'étudier la rupture des bulles à taux de cisaillement constant. Afin de déterminer le diamètre initial de la bulle  $d$ , une image est prise au repos du système et le facteur de conversion de pixel en micromètre a été

déterminé par l'intermédiaire d'une distance connue entre deux points sur le cylindre interne. Il faut également mentionner que toutes les bulles étudiées sont plus petites que l'entrefer ( $e_{couette}$ ) entre les deux cylindres et leur diamètre initial remplit cette condition :  $0,25e_{couette} < d < 0,4e_{couette}$ . Au cours de nos expériences, nous avons pris soin de vérifier que les bulles ne soient pas en contact avec les parois des cylindres. Les images des bulles sont enregistrées à différentes vitesses de rotation  $N$ ; l'objectif étant de déterminer la valeur minimale du taux de cisaillement correspondant à la rupture de la bulle. Comme l'entrefer entre les deux cylindres  $e_{couette}$  est faible par rapport au rayon du cylindre interne  $R_i$  ( $e_{couette} / R_i = 0,12$ ), la rotation du cylindre interne crée un écoulement de type Couette avec un taux de cisaillement constant  $\dot{\gamma}$  donnée par la relation suivante:

$$\dot{\gamma} = \frac{2\pi R_i N}{e_{couette}} \quad (\text{II. 9})$$

## C- Résultats et Discussion

L'approche expérimentale de la dispersion d'air dans la matrice newtonienne modèle est divisée en deux parties. Dans un premier temps, nous allons nous intéresser à l'aspect qualitatif de la dispersion. Il s'agit d'étudier l'influence de la configuration des agitateurs sur la trajectoire, la déformation et la rupture des bulles au sein du milieu modèle. Ensuite, nous allons utiliser un système couette pour la détermination des paramètres critiques (contrainte de cisaillement, le nombre de capillaire critique) correspondant à la rupture des bulles. Enfin, nous nous intéressons à l'effet de la substitution de WPI par le Tween 20 sur les mécanismes de déformation des bulles.

### VII. Dispositifs expérimentaux (Aspects qualitatifs et quantitatifs du comportement des bulles)

Dans la continuité de l'étude à l'échelle du procédé présenté dans le chapitre 1 et pour mieux comprendre le mécanisme de la dispersion du gaz, on a visualisé la déformation, la trajectoire empruntée et la rupture des bulles de l'air sous l'effet de la contrainte de cisaillement dans les différentes configurations.

#### VII. 1. Impact de la configuration des agitateurs sur la dispersion des bulles d'air (aspects qualitatifs)

La dispersion de l'air pour chaque configuration d'agitateurs pour les mêmes conditions opératoires a été analysée qualitativement. Les résultats sont donnés sur la figure II. 19. Comme le montre cette figure, quelque soit la configuration, les bulles de gaz subissent d'abord une élongation puis une rupture par extrémité « *tip-streaming* » que nous analyserons plus en détail ultérieurement.

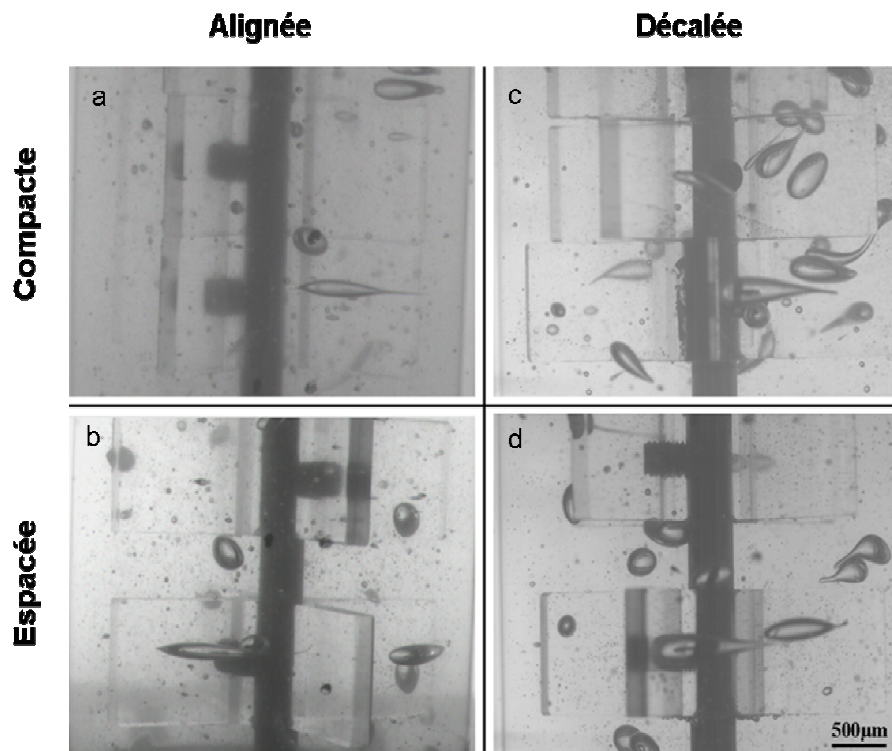


Fig. II. 19. Visualisation de la dispersion des bulles dans les différentes configurations d'agitateurs transparents :  
 (a) : ( $\delta = 0 \text{ mm}$ ,  $\theta = 0^\circ$ ) ; (b) : ( $\delta = 5 \text{ mm}$ ,  $\theta = 0^\circ$ ) ; (d) : (c) : ( $\delta = 0 \text{ mm}$ ,  $\theta = 30^\circ$ ) et ( $\delta = 5 \text{ mm}$ ,  $\theta = 30^\circ$ ).

Si maintenant on examine l'effet des configurations des agitateurs transparents, on constate que pour celle compacte et alignée (Fig. II. 19a), la bulle subit une déformation uniquement dans un faible volume de la colonne situé entre le bout de pale et la paroi interne de la colonne. Cette déformation est due à la contrainte de cisaillement appliquée sur la bulle dans cette zone. Ensuite la bulle déformée suit la ligne de l'écoulement du liquide sans se déplacer dans le reste du fluide. On peut également observer une rupture par extrémité lorsque la bulle quitte la zone cisailée. L'ajout d'un espacement ( $\delta = 5 \text{ mm}$ ) entre deux agitateurs consécutifs que se soit dans le cas d'une configuration alignée (Fig. II. 19b) ou décalée (Fig. II. 19d) semble avoir un effet négatif sur la dispersion. Cet espacement œuvre contre la déformation. Car en raison d'absence de gradient de cisaillement les bulles se relaxent dans cette zone. Par conséquent la dispersion des bulles est défavorisée dans cette zone. Ces phénomènes peuvent expliquer la faible efficacité en foisonnement de ces configurations (Fig. I. 12 b).

Par contre, pour la configuration de la figure II. 19c, c'est-à-dire celle qui est compacte mais décalée d'un angle de  $30^\circ$  entre deux agitateurs successifs, on observe un effet remarquable sur la déformation et la dispersion des bulles. En effet, cette configuration engendre des nouvelles déformations supplémentaires liées à l'angle. Les bulles subissent une déformation dans l'entrefer entre les agitateurs et la paroi de la colonne mais également dans

l'espace que crée l'angle entre deux agitateurs successifs. De plus, les bulles occupent tout l'espace de la colonne, elles ont donc une trajectoire particulière engendrée par l'angle de  $30^\circ$ . On notera que l'ajout d'un espacement ( $\delta = 5\text{mm}$ ) entre deux agitateurs consécutifs décalés d'un angle de  $30^\circ$  (Fig. II. 19d) a un effet négatif sur la rupture des bulles en raison d'effet de relaxation des bulles par manque de contrainte de cisaillement dans cette zone.

Dans les configurations alignées, la bulle après être soumise à la contrainte de cisaillement dans l'entrefer entre les pales d'agitations et la paroi de la colonne suit la ligne de courant sans aucune autre déformation. Par contre, l'examen du déplacement d'une bulle isolée dans le cas de la configuration compacte et décalée (figure II. 20) montre une trajectoire bien définie de la bulle de sa déformation jusqu'à sa rupture. La figure II. 20a montre la forme de la bulle à proximité de la zone de cisaillement. Ensuite la bulle déformée est attirée vers l'espace dans l'angle entre les deux agitateurs (Fig. II. 20b). Dans cette zone, la bulle subit une élongation supplémentaire (Fig. II. 20c). Finalement on assiste à la rupture par extrémité et la naissance des bulles filles (Fig. II. 20d).

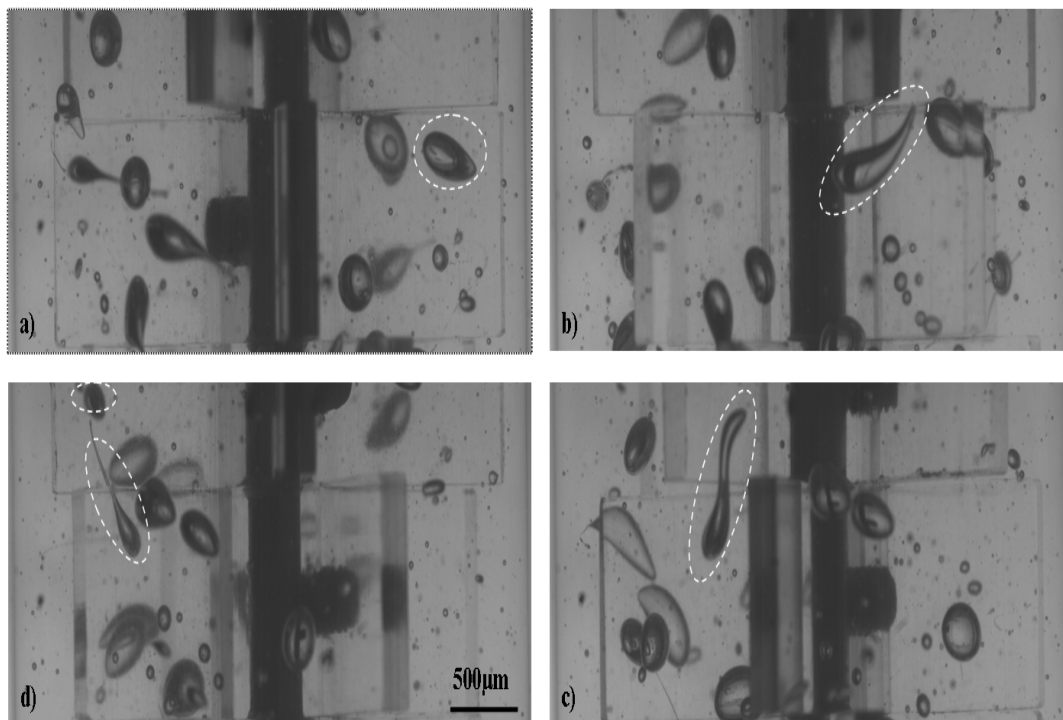


Fig. II. 20. Trajectoire détaillée d'une bulle isolée (ligne blanche pointillée) à une vitesse de rotation donnée (200 tr/min) dans le cas de la configuration compacte-décalée: (a) bulle presque sphérique à proximité de la pale, (b) déformation lorsque la bulle se rapproche de bout de pale, (c) déformation importante dans la zone liée à l'angle de décalage, (d) rupture de la bulle mère en bulles filles.

L'étude qualitative montre que la configuration des agitateurs ne modifie pas la contrainte de cisaillement appliquée en bout de pale sur une bulle, ce qui peut expliquer le diamètre moyen des bulles reste indépendant de la configuration des agitateurs (Fig. I. 13, chapitre 1). En outre, pour la configuration où les agitateurs sont espacés, l'espace entre deux agitateurs, où la contrainte de cisaillement est faible voire nulle, peut piéger une fraction de gaz. Par contre, l'ajout d'un angle de  $30^\circ$  réduit sensiblement les zones mortes dans la colonne et favorise également la division des bulles et ce même à faible vitesse de rotation. Un tel comportement peut expliquer l'efficacité de la configuration décalée avec angle de  $30^\circ$  qui conduit à l'incorporation totale du gaz (Fig. I. 12a).

## VII. 2. Etude quantitative, détermination du Capillaire critique $Ca_c$

Dans la présente étude, notre attention est d'abord portée sur la détermination du  $Ca_c$  dans un écoulement de cisaillement simple en faisant varier  $\lambda$  de  $10^{-6}$  à  $10^{-5}$ . La démarche expérimentale consiste à observer en fonction de la vitesse d'agitation, la déformation jusqu'à la rupture d'une bulle isolée non confinée ( $d < e_{couette}$ ) placée dans l'entrefer entre les deux cylindres du système couette transparent. A titre d'exemple nous avons reproduit les images obtenues pour une bulle isolée, une dispersion des bulles et un milieu foisonné sur la figure II. 21.

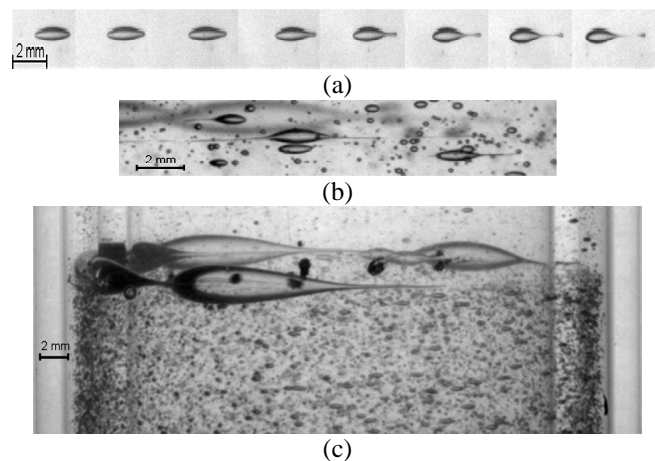


Fig. II. 21. Images du mécanisme de « *tip-streaming* » des bulles dans le système couette à 300 tr/min. (a) d'une bulle isolée en fonction du temps, (b) dans une dispersion de bulles et (c) formation d'une mousse à partir des bulles confinées.

La figure II. 21(a) montre la déformation jusqu'à la rupture d'une bulle isolée en fonction du temps à une vitesse d'agitation donnée (300 tr/min). L'examen de cette image montre que le mécanisme de dispersion est la rupture par extrémité ou « *tip-streaming* ». Notons que l'augmentation de la vitesse d'agitation ne modifie pas ce mécanisme. La figure



II. 21b montre pour un ensemble de bulles que la rupture par extrémité reste toujours le mécanisme dominant et surtout que les bulles filles ont un diamètre bien plus petit que la bulle mère. Enfin, on observe que la taille des bulles confinées est réduite par des ruptures successives, produisant une dispersion de bulles dans la phase continue. Dans ce cas, la fraction volumique du gaz ( $\epsilon$ ) de la mousse produit par la dispersion de bulles ne dépasse pas 10% et le diamètre de bulles filles est beaucoup plus petit que l'entrefer.

Nous avons alors calculé le nombre de capillaire critique correspondant à la rupture d'une bulle à une vitesse d'agitation donnée et avons comparé nos résultats avec ceux donnés par différents auteurs sur la figure II. 22.

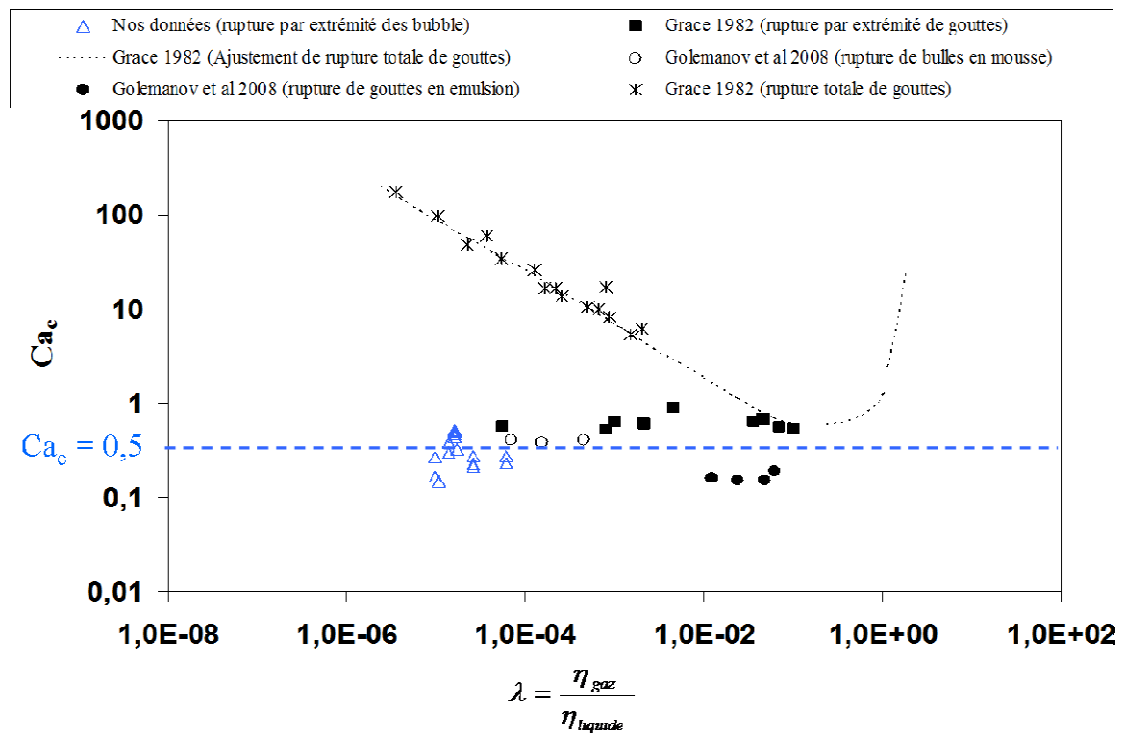


Fig. II. 22. Evolution du nombre  $Ca_c$  des bulles (symboles vides) et des gouttes (symboles pleins) sous un cisaillement simple, en fonction du rapport de viscosités  $\lambda$ . ( $\Delta$ ) tip-streaming des bulles (Souidi et al., 2012); ( $\diamond$ ) tip-streaming (Müller-Fischer et al, 2008); rupture dans un cisaillement simple ( $\circ$ ) des bulles dans de la mousse ( $\epsilon > 92\%$ ) et ( $\bullet$ ) des gouttes en émulsion ( $\phi > 80\%$ ) de Golemanov et al. (2008); ( $\blacksquare$ ) tip-streaming des gouttes et ( $*$ ) rupture totale des gouttes par Grace (1982).

L'examen de la figure II. 22 montre que la valeur expérimentale de  $Ca_c$  obtenue dans notre cas demeure constante proche de 0,5. Cette valeur est proche de celle obtenue par Grace (1982) dans le cas de la rupture par « tip-streaming » des gouttes isolées dans un milieu (phase continue) de viscosité 4,5 à 280 Pa.s. Par contre Müller-Fischer et al. (2008) pour la dispersion de l'air dans une phase continue de viscosités 58, 97 et 290 Pa.s, indiquent un  $Ca_c$

de 40. Cette différence peut être expliquée par l'écart important de la viscosité de la phase continue (1,1 Pa.s, dans notre cas). Notons également que les valeurs de  $Ca_c$  de notre étude sont proches de celles de la rupture des bulles dans une mousse (Golemanov et al., 2008).

### VII. 3. Comparaison entre le diamètre critique « $d_c$ » et le diamètre moyen des bulles

L'objectif dans cette partie est de comparer le diamètre moyen des bulles obtenues pendant les expériences de foisonnement au diamètre critique obtenu à partir du capillaire critique. Pour un taux de cisaillement donné, le diamètre critique des bulles en dessous duquel il n'y a pas de rupture est donné par l'expression suivante :

$$d_c = \frac{2Ca_c\sigma}{\eta\dot{\gamma}} \quad (\text{II. 10})$$

Les valeurs de «  $d_{moy}$  » des bulles sont représentées pour  $\dot{\gamma} = \dot{\gamma}_{max}$ , avec  $\dot{\gamma}_{max}$  le taux de cisaillement en bout de pale de l'agitateur, donné par l'expression suivante :

$$\dot{\gamma}_{max} = \frac{2\pi RN}{e} \quad (\text{II. 11})$$

L'évolution du diamètre critique  $d_c$  en fonction du taux de cisaillement ( $\dot{\gamma}$ ) est reportée sur la figure II. 23 et comparée avec le diamètre moyen pour chacun des agitateurs mais aussi pour un système couette.

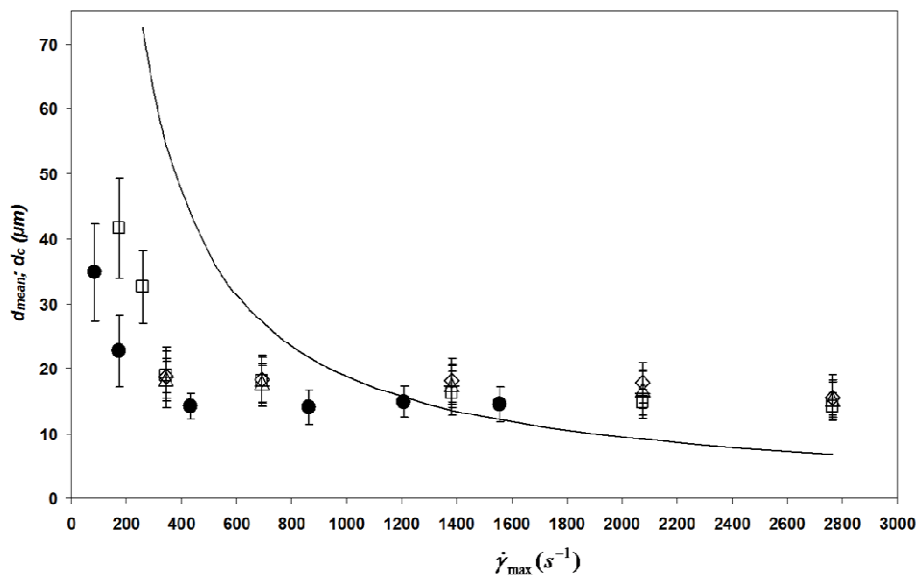


Fig. II. 23. Diamètre moyen des bulles vs taux de cisaillement. ( $\diamond$ )  $\delta = 0$  mm,  $\theta = 0^\circ$  ; ( $\square$ )  $\delta = 0$  mm,  $\theta = 30^\circ$  ; ( $\Delta$ )  $\delta = 5$  mm,  $\theta = 30^\circ$  ; (+)  $\delta = 5$  mm,  $\theta = 0^\circ$  et ( $\bullet$ ) couette métallique. La ligne continue correspond à  $d_c$ .

L'examen de cette figure montre que, pour des faibles taux de cisaillement ( $\dot{\gamma} < 400 \text{ s}^{-1}$ ), le diamètre moyen est inférieur au diamètre critique ( $d_{\text{moy}} \ll d_c$ ). Ce qui peut paraître surprenant sauf si on admet que la rupture se fait par extrémité. En effet, dans ce cas, les bulles filles peuvent avoir des diamètres bien plus petits que la bulle mère. Au fur et à mesure que le gradient augmente, on assiste à un rapprochement voire égalité entre le diamètre moyen. Les bulles mères sont donc dispersées jusqu'à atteindre le diamètre des bulles filles. Au-delà de  $1200 \text{ s}^{-1}$ , le diamètre critique théorique continue à diminuer mais le diamètre moyen reste insensible au gradient de cisaillement et devient supérieur au diamètre critique. Ce constat suggère qu'il y a une limite à l'application de la relation du capillaire critique en fonction du gradient de vitesse et que des phénomènes de coalescence sont peut-être apparus dans la colonne.

## **VIII. Comparaison des WPI et du Tween 20 sur la déformation et la rupture des bulles**

### **VIII. 1. Effet sur la déformation**

La déformation d'une bulle est décrite par deux principaux paramètres qui sont  $D$  et le rapport  $L/d_i$ . Rappelons également que ces paramètres dépendent à leur tour du nombre capillaire  $Ca$ , de la concentration en tensioactif mais également du rapport de viscosité  $\lambda$  qui dans le cas du gaz est très faible ( $\lambda \ll 1$ ). Rappelons que par notre dispositif, nous pouvons générer des bulles ayant des diamètres initiaux tels que,  $300 \leq d_i \leq 950 \mu\text{m}$ , ce qui correspond à  $0,15 \leq d_i/e \leq 0,475$  où  $e$  est épaisseur de l'entrefer. La solution utilisée est le sirop de glucose dont sa viscosité varie dans l'intervalle:  $1,3 \times 10^{-5} \leq \lambda \leq 1,93 \times 10^{-5}$  en fonction de la concentration en Tween. Pour effectuer cette étude, nous avons fait varier le pourcentage massique du Tween 20 de 0 à 2% en utilisant la même solution de sirop de glucose que celle utilisée avec le WPI. Dans un premier temps, nous avons généré des bulles d'air dans cette solution et nous avons étudié leurs déformations en fonction du nombre de capillaire (Fig. II. 24).

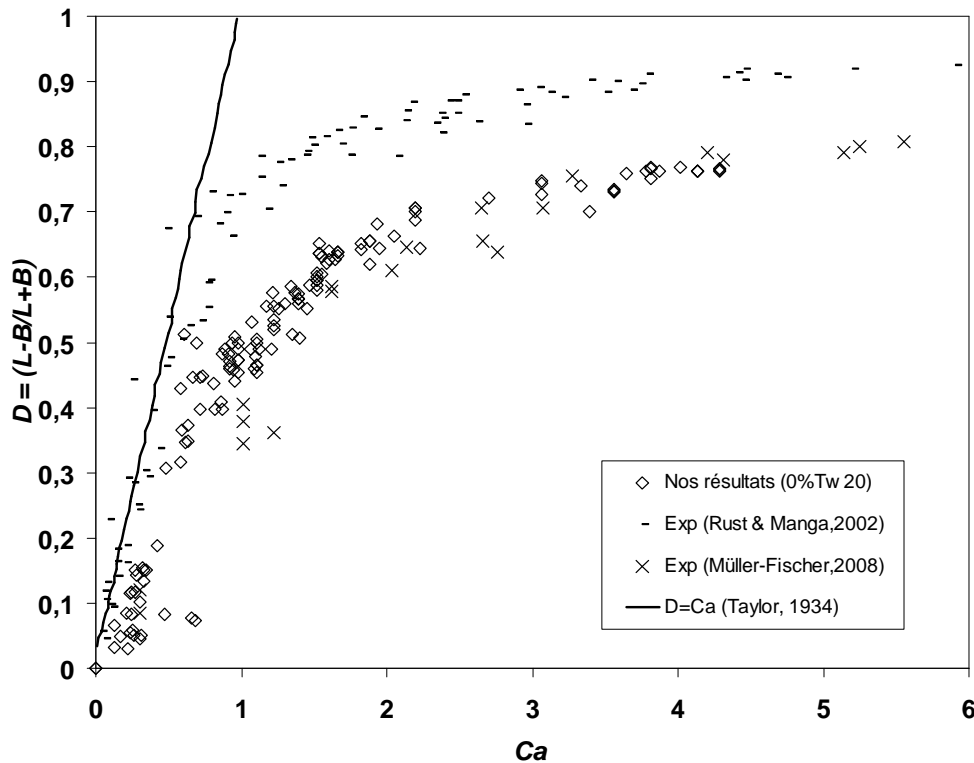


Fig. II. 24. Evolution de  $D$  en fonction du nombre  $Ca$  pour différents rapports de viscosités : ( $\diamond$ ) à  $\lambda = 1,93 \times 10^{-5}$ ; (---) à  $1,29 \times 10^{-7} \leq \lambda \leq 1,5 \times 10^{-7}$ ; ( $\times$ ) à  $1,3 \times 10^{-7} \leq \lambda \leq 6,4 \times 10^{-7}$  et (—) à  $\lambda = 6,39 \times 10^{-7}$ .

La figure II. 24 montre que pour de faible nombre de capillaire ( $Ca < 1$ ),  $D$  est proportionnel au nombre capillaire. Ce résultat est en accord avec celui de Taylor. Au-delà de  $Ca = 1$ , le  $D$  varie légèrement pour atteindre 0,76 quand  $Ca$  atteint 4,5. Nos résultats sont en accord avec ceux de Müller-Fischer (2008), bien que le domaine du rapport de viscosité utilisé par ces auteurs soit différent ( $1,3 \times 10^{-7} \leq \lambda \leq 6,4 \times 10^{-7}$ ) par rapport à notre travail ( $\lambda = 1,93 \times 10^{-5}$ ). Il faut noter que les auteurs ont utilisé un dispositif similaire avec celui utilisé dans ce travail. Il semble donc que dans ces intervalles la déformation soit indépendante du rapport de viscosité. Nos résultats sont moins en accord avec ceux de Rust et Manga (2002) même s'ils suivent la même tendance. Cette différence peut être liée à l'utilisation d'un appareil différent par ces auteurs.

La figure II. 25 représente l'évolution du paramètre de déformation  $L/di$  en fonction du nombre capillaire. Rappelons que, selon la théorie «slender-body», cette mesure n'est valable que pour les fortes déformations ( $Ca \gg 1$ ).

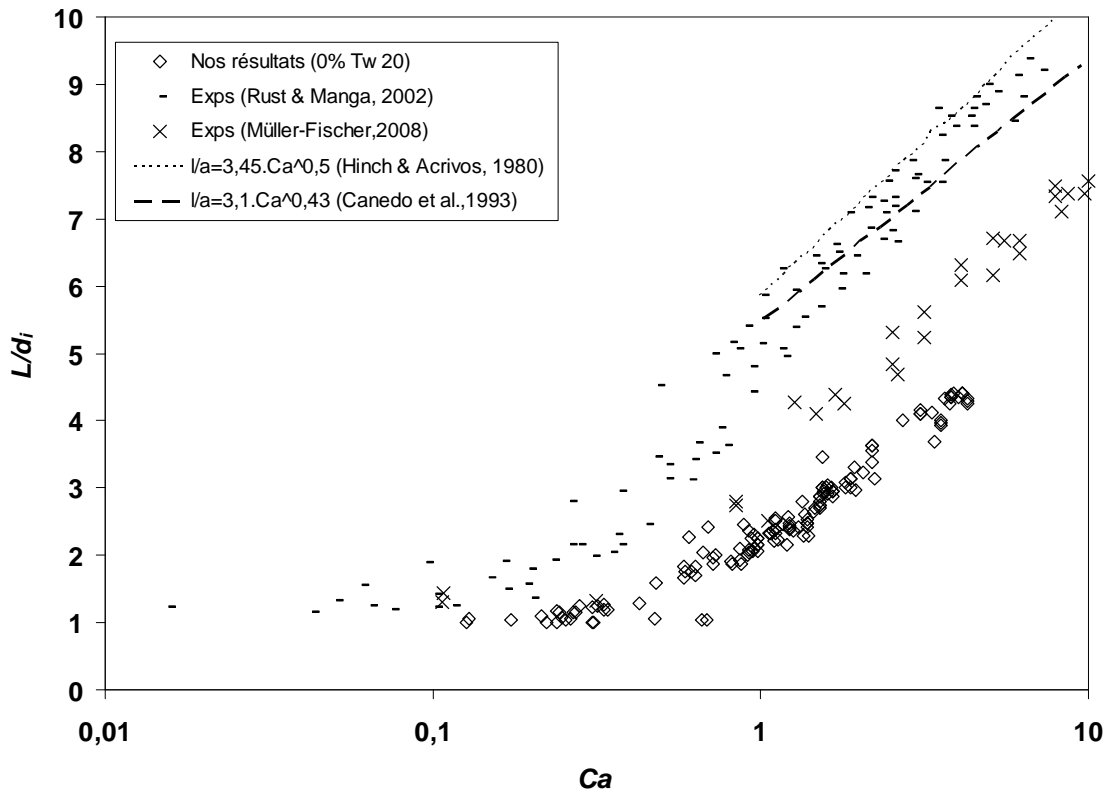


Fig. II. 25. Evolution de  $L/d_i$  en fonction du nombre de capillaire pour un domaine du rapport de viscosités : ( $\diamond$ ) à  $\lambda = 1,93 \times 10^{-5}$ ; ( $-$ ) à  $1,29 \times 10^{-7} \leq \lambda \leq 1,5 \times 10^{-7}$ ; ( $\times$ ) à  $1,3 \times 10^{-7} \leq \lambda \leq 6,4 \times 10^{-7}$ ; (...) à  $\lambda < 1$  et ( $--$ ) à  $2,07 \times 10^{-7} \leq \lambda \leq 7,08 \times 10^{-7}$

Dans le cas de nos expériences,  $L/d_i$  varie de 1 à 4,4 lorsque le nombre de capillaire passe de 1 à 4,5. Ces valeurs restent faibles par rapport aux données de Rust et Manga (2002) et Müller-Fischer et al (2008). Cette différence pourrait être due à la différence entre les tailles initiales des bulles et leur confinement. En effet le rapport de diamètre initial des bulles sur l'épaisseur de l'entrefer est très faible ( $0,073 \leq d_i/e \leq 0,23$ ) par rapport à notre cas ( $0,15 \leq d_i/e \leq 0,475$ ). Ce rapport semble jouer sur le paramètre  $L/d_i$  pour les fortes déformations.

Nous avons également appliqué sur nos résultats expérimentaux  $L/d_i = f(Ca)$  un modèle du type loi puissance  $L/d_i = kCa^n$  de Hinch et Acrivos (1980) et Canedo et al (1993). Par ailleurs, nous avons effectué la même démarche pour les résultats expérimentaux de Rust et Manga (2002) et Müller-Fischer et al. (2008) par le même modèle. Les coefficients  $n$  et  $k$  ainsi obtenus sont donnés et comparés avec ceux des auteurs cités ci-dessus dans le tableau II. 4.

Tableau II. 4: Comparaison des valeurs de  $n$  et  $k$  obtenus dans ce travail avec celles de la littérature.

Modèle de type puissance: $L/d_i = kCa^n$	$k$	$n$	$R^2$
Nos résultats	<b>2,24</b>	<b>0,49</b>	<b>0,94</b>
Modèle de Hinch et Acrivos (1980)	3,45	0,5	-
Modèle de Canedo et al. (1993)	3,1	0,43	-
Rust et Manga (2002)	5,19	0,34	0,89
Müller-Fischer et al. (2008)	3,25	0,40	0,92

Comme le montre le tableau II. 4, la valeur de  $n$  dans notre cas est en accord avec les valeurs données dans la littérature. Par contre la constante  $k$  est sous estimée par rapport aux résultats de la littérature. Cependant l'incertitude sur l'estimation de  $k$  est grande dans la mesure où il est déterminé par l'extrapolation de l'ordonnée à l'origine.

## VIII. 2. Déformation et rupture en présence de tensioactif

### VIII. 2. 1. Cas du Tween 20

Nous avons présenté sur la figure II. 26 la variation de la déformation  $D$  en fonction du nombre de capillaire  $Ca$  pour les concentrations en Tween 20 de 0,01 à 2%.

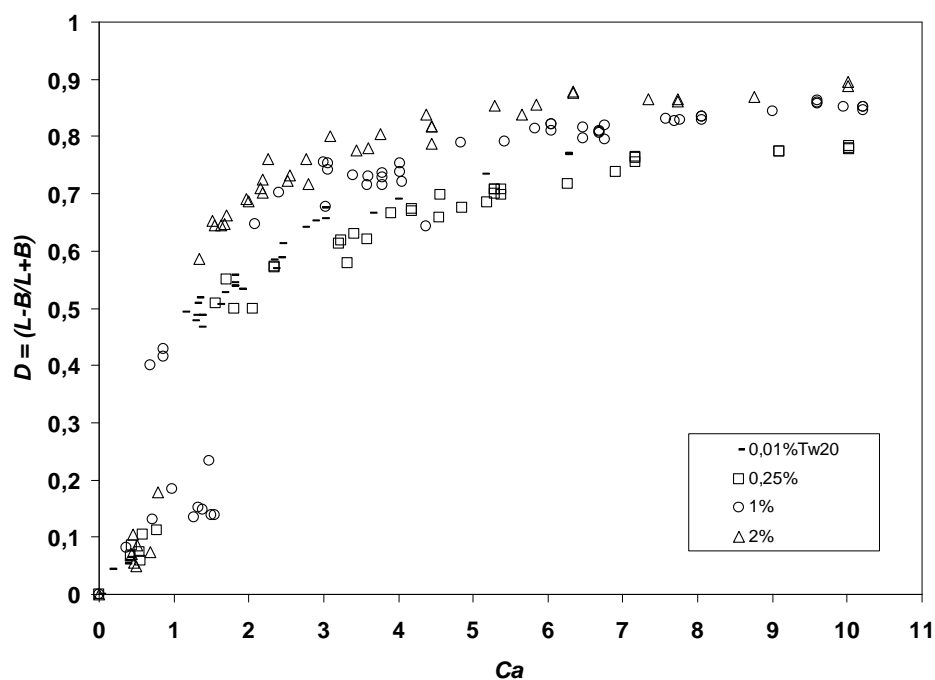


Fig. II. 26. Déformation des bulles en fonction du nombre de capillaire  $Ca$  : (-) à  $\lambda = 1,64 \times 10^{-5}$  ; ( ) à  $\lambda = 1,53 \times 10^{-5}$  ; (o) à  $\lambda = 1,41 \times 10^{-5}$  et ( $\Delta$ ) à  $\lambda = 1,3 \times 10^{-5}$

On remarque sur la figure II. 26 qu'en présence de Tween 20 et dans le domaine du Ca étudié, le facteur  $D$  suit la même tendance que celle observé en l'absence de Tween 20. Cependant le facteur de proportionnalité pour les faibles déformations ( $D \neq Ca$ ) et la valeur limite ( $\approx 0,9$ ) pour les forte déformations ne sont pas les mêmes avec ou sans Tween 20. Quelle que soit la concentration en Tween, aucune rupture n'est observée.

Par ailleurs, la figure II. 27 montre la variation de  $D$  en fonction du pourcentage de Tween pour différentes valeurs de nombre capillaire. La déformation diminue d'abord avec la concentration en Tween 20 ( $< 0.2$  % mq.) puis  $D$  augmente à nouveau avant de se stabiliser pour une concentration massique en Tween 20 supérieure à 0,5% quel que soit le nombre capillaire.

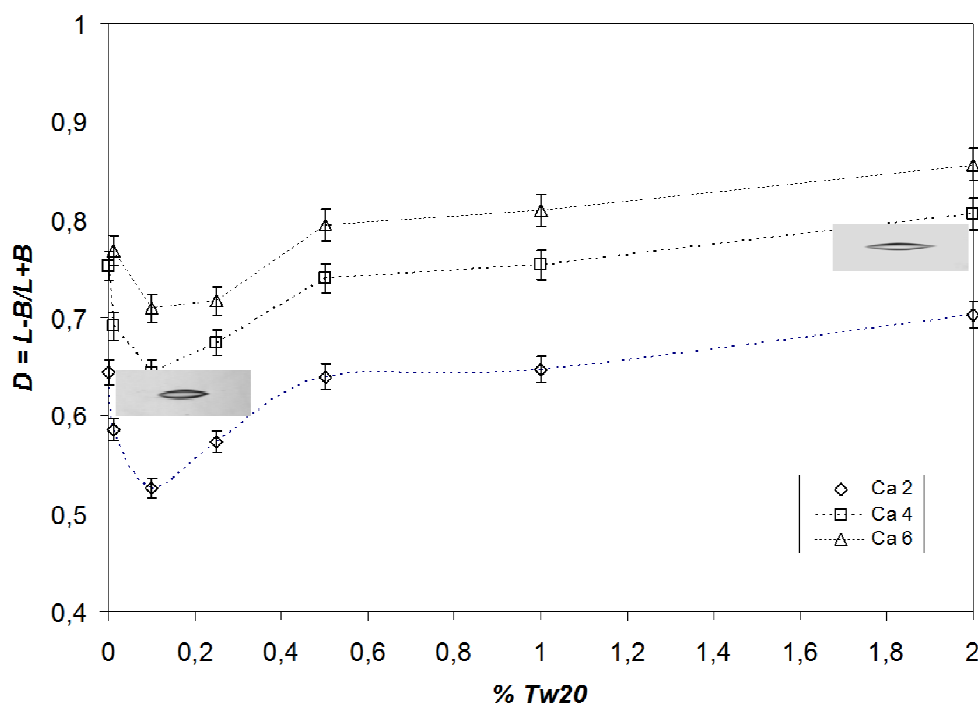


Fig. II. 27. Variation de  $D$  en fonction du pourcentage massique en Tween 20 à nombre de capillaire  $Ca$  constant

Ce résultat montre que la déformation ne peut pas uniquement être expliquée par le nombre capillaire. En effet à  $Ca$  constant, on devrait assister à une déformation constante ce qui n'est pas le cas. Il semble donc que la répartition du tensioactif sur l'interface doit jouer également un rôle sur la déformation des bulles.

## VIII. 2. 2. Comparaison entre le Tween 20 et les protéines sériques WPI

La substitution des WPI par le Tween 20 n'a pas permis d'obtenir un produit foisonné dans la CF. L'absence de rupture lorsque l'on utilise ce détergent tensioactif dans le système couette peut expliquer ce résultat. Dans la figure II. 28, on représente la comparaison de l'effet des WPI et du Tween 20 sur la déformation des bulles.

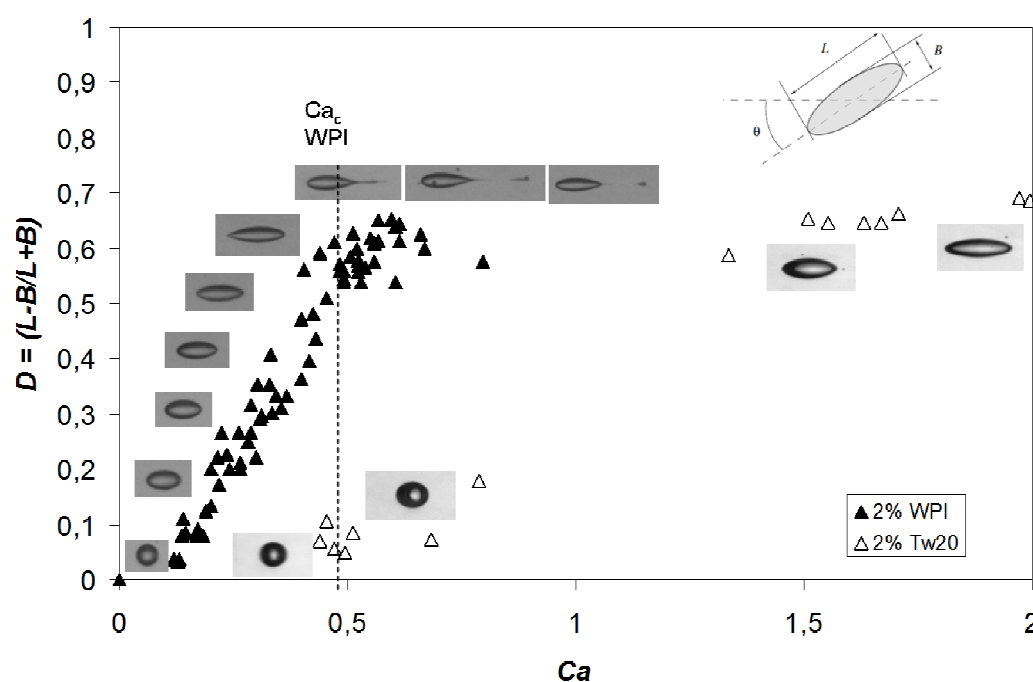


Fig. II. 28. Comparaison entre Tween 20 et WPI sur la déformation et la rupture d'une bulle en fonction du nombre capillaire

En effet, la figure II. 28 montre qualitativement et quantitativement que les deux molécules ne participent pas de la même façon à la déformation et à la rupture des bulles bien qu'elles soient utilisées à la même concentration massique (2%) : dans un cas l'augmentation du nombre capillaire conduit à la rupture ; dans l'autre, la déformation augmente sans jamais obtenir de rupture. Lorsque les WPI sont utilisées, la bulle commence à se déformer progressivement avec l'augmentation du nombre  $Ca$  jusqu'à ce qu'elle atteigne la limite de déformation et finisse par se rompre à un nombre capillaire qui correspond au  $Ca_c$  ( $Ca_c \approx 0,5$ ). Au-delà de  $Ca_c$ , la bulle mère continue à générer des bulles filles et la déformation  $D$  reste constante proche de la valeur 0,6. Ce phénomène n'a pas été observé dans le cas du Tween 20, malgré que ce dernier ait permis d'abaisser fortement la tension de surface comparativement aux protéines sériques. Cette observation laisse penser que la répartition des molécules tensioactives sur la surface d'une bulle dépend de leur nature.



Afin de comprendre pourquoi l'utilisation de Tween 20 ne conduit pas la rupture des bulles, nous avons tenté de déterminer la vitesse d'adsorption et la concentration surfacique de Tween 20 par l'équation de Szyskowski (relation II. 12) (Samanta et Ghosh, 2011). Ensuite de les comparer avec celles de protéines sériques. La rareté des données dans ce domaine nous a conduit à utiliser les données disponibles pour les constituants de ces protéines ( $\beta$ -caséine,  $\beta$ -lactoglobuline, BSA). Dans le cas des tensioactifs non-ioniques (cas de Tween 20), la variation de la tension de surface en fonction de la concentration est décrite par :

$$\gamma = \gamma_0 - RT \Gamma_{\infty} \ln(1 + K_L C) \quad (\text{II. 12})$$

Cette équation est obtenue à partir des équations d'adsorption de Gibbs et Langmuir où  $\Gamma_{\infty}$  est la concentration surfacique ( $\text{mol/m}^2$  ou en  $\text{mg/m}^2$ ),  $K_L$  représente le taux relatif d'adsorption ( $\text{m}^3/\text{mol}$  ou  $\% \text{mq.}$ ) des molécules tensioactives à l'équilibre et  $\gamma_0$  est la tension de surface sans tensioactif. Pour déterminer ces paramètres nous avons utilisé les résultats expérimentaux de la tension de surface en fonction de la concentration (C) lorsque  $C < \text{Cmc}$ . La figure II. 29 compare les points expérimentaux et ceux obtenus par le modèle.

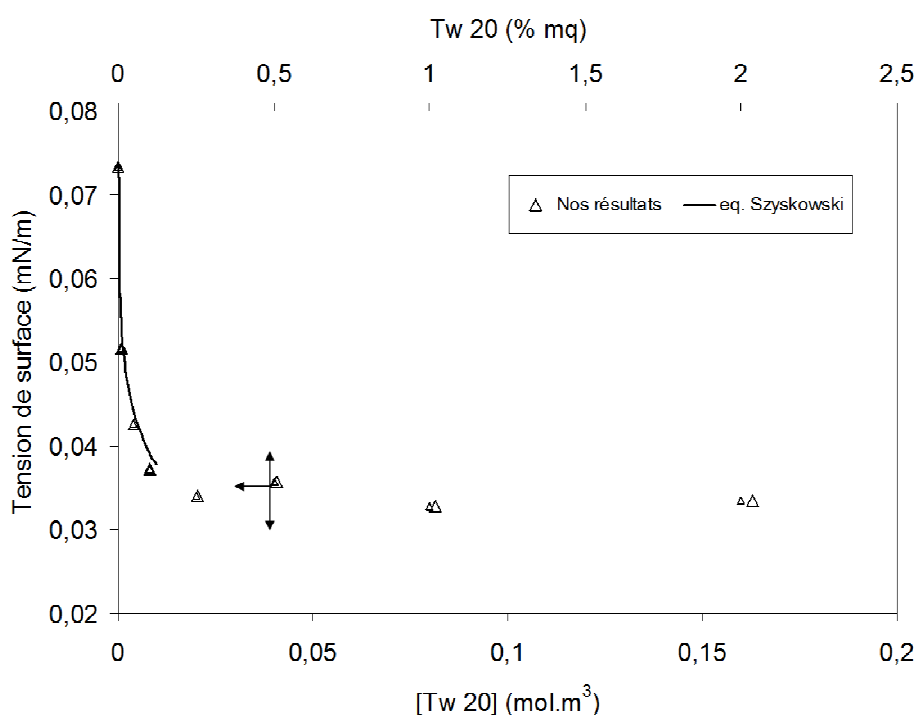


Fig. II. 29. Evolution de la tension de surface en fonction de la concentration en Tw20 ( $\text{cmc} = 0,1\% \text{p/p}$  ou  $0,0082 \text{ mol.m}^{-3}$ )

Les valeurs de  $\Gamma_{\infty}$  et  $K_L$  sont déterminées en minimisant un critère quadratique entre les valeurs expérimentales et celles données par le modèle. Les valeurs de ces deux paramètres sont données dans le tableau II. 5.

Tableau II. 5. Paramètres d'adsorption de tw20 à l'interface air/eau

Tensioactif	$K_L$	$\Gamma_{\infty} (mg/m^2)$
Tween 20 (ce travail)	$3,75 \times 10^5 \text{ m}^3/mol$	3,12
$\beta$ -Caséine <sup>(a)</sup>	$1,73 \times 10^{-5} \% \text{ mq.}$	2,7
BSA <sup>(a)</sup>	$1,38 \times 10^{-5} \% \text{ mq.}$	2,1
$\beta$ -Caséine <sup>(b)</sup>	-	2,75
$\beta$ -lactoglobuline <sup>(b)</sup>	-	1,7

<sup>(a)</sup> Graham et Phillips (1979) : interface eau/air

<sup>(b)</sup> Courthaudon et al., (1991a et 1991b) : interface eau/huile

Graham et Phillips (1979) ont étudié les isothermes d'adsorption des différentes protéines à l'interface eau/air. Parmi ces protéines on retrouve la  $\beta$ -caséine, le  $\beta$ -lactoglobuline et le BSA qui font partie des WPI. Courthaudon et al. (1991a et 1991b) ont étudié l'adsorption compétitive entre les protéines ( $\beta$ -caséine,  $\beta$ -lactoglobuline) et les surfactants non ioniques (à savoir le Tween 20) à l'interface eau/huile. Les auteurs ont déterminé également des valeurs de  $\Gamma_{\infty}$  de ces composés. Les valeurs de  $K_L$  calculées par Graham et Phillips ne sont pas exprimées dans les mêmes grandeurs que nos valeurs, il est donc difficile de les comparer avec les valeurs de ce travail. Pour ce qui de la concentration surfacique  $\Gamma_{\infty}$ , on constate que nos valeurs dans le cas de Tween 20 sont proches de celles obtenues par Graham et Philipps (1979) et Courthaudon et al. (1991) pour les constituants des WPI. Pourtant l'utilisation des WPI conduit à une rupture des bulles, phénomène que nous n'avons pas observé avec le Tween 20. Nous ne pouvons donc pas attribuer l'absence de rupture au facteur  $\Gamma_{\infty}$ .

## IX. Approche théorique sur le transfert et la distribution du tensioactif (TA) sur la surface d'une bulle

Comme nous l'avons mentionné précédemment, l'élaboration d'une mousse en continu résulte des interactions entre les paramètres du procédé et de la formulation. Parmi les

ingrédients de la formulation, le tensioactif joue un rôle essentiel à la formation et la stabilisation des films de liquide formés entre les bulles de gaz. En effet même à faible concentration les tensioactifs ont la propriété de s'adsorber aux interfaces favorisant ainsi la rupture des bulles. De plus, les résultats obtenus dans notre travail ont montré que la nature même des tensio-actifs joue un rôle essentiel dans les phénomènes de rupture. En effet la substitution de WPI par le Tween 20 a permis d'abaisser fortement la tension de surface sans pour autant provoquer la rupture des bulles. Dans notre cas de figure, la seule diminution de la tension de surface n'explique pas le phénomène de rupture aux extrémités que nous observons. En effet, il a été clairement montré dans la littérature (Stone et Leal, 1990 ; Milliken et Leal, 1994 ; Eggleton et Stebe, 1998 ; Eggleton et al., 2001 ; Stegeman, 2002) que ce mécanisme de rupture très particulier n'existe qu'en présence de gradient de tension superficielle à l'interface gaz-liquide. Ces gradients de tension-superficielles sont causés par une répartition non uniforme des tensio-actifs à l'interface.

Pour comprendre ce phénomène, nous allons donc nous intéresser de plus près à la répartition des tensio-actifs sur la surface d'une bulle soumise à une contrainte de cisaillement  $\eta_c \dot{\gamma}$ . On considèrera ici que la concentration  $C_\infty$  en tensio-actifs de la phase continue est uniforme. Dès que la bulle est générée dans la phase liquide, les tensio-actifs migrent à l'interface. En l'absence d'écoulement (et pour une bulle de très petite taille) la forme de la bulle est sphérique et la répartition des traceurs à l'interface est uniforme (figure II. 30a). En présence d'une contrainte de cisaillement, la bulle se déforme (figure II. 30b). De plus, les tensio-actifs adsorbés à l'interface migrent vers les extrémités de la bulle où ils vont s'accumuler, faisant ainsi chuter la tension superficielle dans cette région (figure II. 30c).

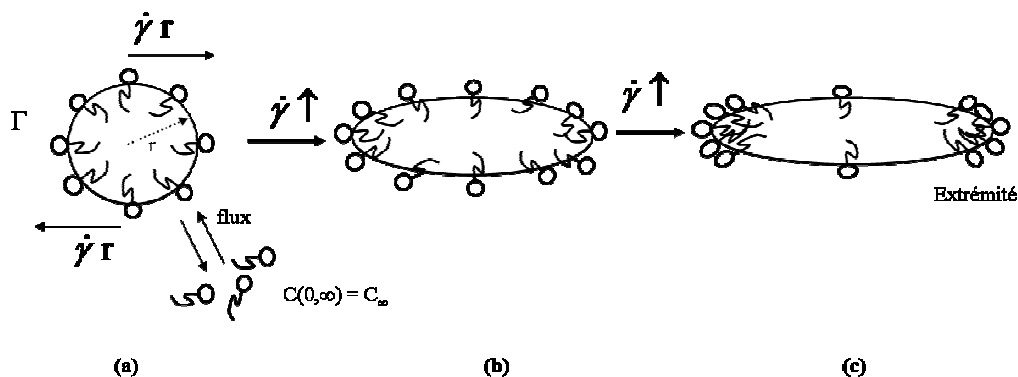


Fig. II. 30. Représentation schématique du comportement des TA sur la surface d'une bulle soumise à un écoulement de cisaillement : (a) bulle en repos, (b) déformation de la bulle sous l'effet du gradient de vitesse (c) transfert du TA vers les extrémités de la bulle.

Le bilan local de tensio-actif à l'interface mettant en jeu la concentration surfacique en tensio-actif  $\Gamma$  est donné par l'équation suivante :

$$D_s \nabla_s^2 \Gamma - \nabla_s (\Gamma v_t) + j_{a/d} = \frac{\partial \Gamma}{\partial t} \quad (\text{II. 13})$$

Diffusion      Convection      Transfert de/vers la phase continue      Accumulation

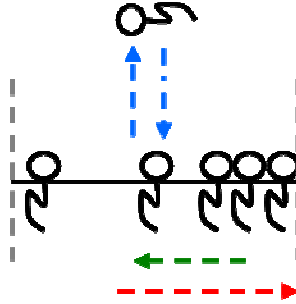


Fig. II. 31. Bilan de TA sur un élément de surface de la bulle

Il permet de mettre en évidence la compétition entre le transport par convection des particules à la vitesse  $v_t$  qui tend à créer des gradients près des pôles (flèche rouge sur la figure II. 31) et deux autres phénomènes qui au contraire s'opposent à la formation de ces gradients. Ce sont la diffusion surfacique (flèche verte) et l'échange avec la phase continue (flèches bleues). Il est important de préciser que les phénomènes de transfert entre la phase continue et l'interface peuvent se faire dans les deux sens : de la phase continue vers l'interface (adsorption) si la concentration interfaciale est inférieure à la concentration d'équilibre  $\Gamma_{eq}$  ou dans le sens inverse (désorption) si la concentration interfaciale est supérieure à la concentration d'équilibre.

Pour une couche monomoléculaire de tensioactif, l'expression cinétique d'adsorption-désorption est donnée par :

$$j_{a/d} = \beta C_s (\Gamma_\infty - \Gamma) - \alpha \Gamma \quad (\text{II. 14})$$

En tenant compte de (II. 14), l'équation (II. 13) devient :

$$D_s \nabla_s^2 \Gamma - \nabla_s (\Gamma v_t) + \beta C_s (\Gamma_\infty - \Gamma) - \alpha \Gamma = \frac{\partial \Gamma}{\partial t} \quad (\text{II. 15})$$

Avec  $C_s$  la concentration en TA dans la couche de liquide sous-jacente à l'interface ( $\text{mol/m}^3$ ),  $\Gamma$  la concentration surfacique locale ( $\text{mol/m}^2$ ),  $D_s$  le coefficient de diffusion surfacique ( $\text{m}^2/\text{s}$ ),  $v_t$  la vitesse tangentielle du liquide à l'interface ( $\text{m/s}$ ),  $\alpha$  coefficient de désorption ( $\text{s}^{-1}$ ) et  $\beta$  coefficient d'adsorption ( $\text{m}^3/\text{mol.s}$ ). On peut remarquer qu'à l'équilibre thermodynamique à l'interface ( $j_{a/d} = 0$  et  $\Gamma = \Gamma_{eq}$ ), l'expression de (II. 14) se réduit à l'expression de l'isotherme d'adsorption de Langmuir :

$$\frac{\Gamma_{eq}}{\Gamma_{\infty}} = \frac{k}{1+k} \text{ avec } k = \frac{\beta C_{\infty}}{\alpha}.$$

Afin de généraliser les phénomènes physiques mis en jeu, nous introduisons les variables adimensionnelles suivantes :

$$\Gamma' = \frac{\Gamma}{\Gamma_{eq}}, \quad C' = \frac{C_s}{C_{\infty}}, \quad v' = \frac{v_t}{\dot{\gamma} r}, \quad x' = \frac{x}{r}, \quad t' = t \dot{\gamma}.$$

Après avoir reporté ces variables dans l'équation (II. 15), nous obtenons l'équation adimensionnelle de bilan en TA à l'interface (II. 16) :

$$\frac{1}{Pe_s} \nabla_s^2 \Gamma' - \nabla_s \cdot (\Gamma' v') + Bi [C' (k+1 - \Gamma' k) - \Gamma'] = \frac{\partial \Gamma'}{\partial t'} \quad (\text{II. 16})$$

Cette équation exhibe deux nombres adimensionnels, à savoir le nombre de Peclet surfacique ( $Pe_s$ ) et le nombre de Biot ( $Bi$ ) :

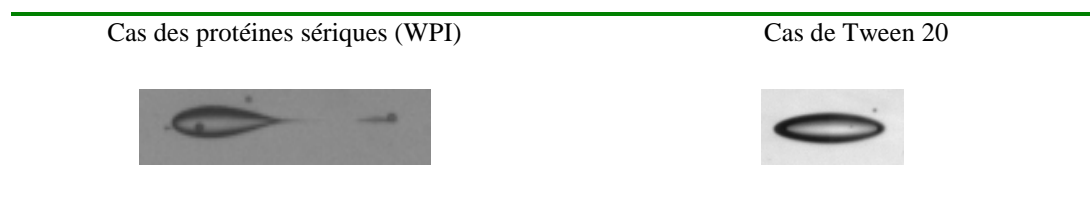
$$Bi = \frac{t_{convection}}{t_{désorption}} = \frac{1/\dot{\gamma}}{1/\alpha} = \frac{\alpha}{\dot{\gamma}} \text{ et } Pe_s = \frac{t_{diffusion}}{t_{convection}} = \frac{r^2 / D_s}{1/\dot{\gamma}} = \frac{r^2 \dot{\gamma}}{D_s}$$

Ces nombres comparent les temps caractéristiques des différents phénomènes de transport de TA à l'interface. L'interprétation du nombre de Biot dans deux cas asymptotiques est très intéressante car elle permet de fixer les idées sur les cas favorables ou défavorables au mécanisme de rupture par extrémité. Cette interprétation est donnée dans le tableau suivant :

Tableau II. 6. Impact de nombre de Biot sur le mécanisme de la rupture des bulles

<i>Cas où <math>Biot \ll 1</math></i>	<i>Cas où <math>Biot \gg 1</math></i>
Le temps caractéristique de convection des molécules TA est infiniment plus court que celui de leur désorption sur la surface de la bulle.	Le temps caractéristique de désorption des molécules TA est infiniment plus court que celui de leur migration sur la surface de la bulle.
$\Rightarrow$ Forte affinité et accumulation plus importante de TA aux extrémités de la bulle ;	$\Rightarrow$ Rétablissement instantané de l'équilibre thermodynamique en chaque point de l'interface;
$\Rightarrow$ Développement d'un gradient de concentration induisant ainsi un gradient de tension superficielle <b>favorable</b> à une rupture par extrémité.	$\Rightarrow$ Faible gradient de concentration en TA et donc faible de gradient de tension superficielle <b>défavorable</b> à la rupture de la bulle par extrémité.

Ces éléments de réflexion apportés sur le nombre de *Biot* incitent donc à penser que l'apparition de phénomènes de rupture par extrémité en présence de protéines est liée à la désorption lente de ces protéines qui permet leur accumulation aux pôles de la bulle, région qui voit alors décroître fortement sa tension superficielle. Par ailleurs, Miller et al. (2005) ont rapporté que la vitesse de désorption des protéines telles que la  $\beta$ -lactoglobuline et la  $\beta$ -caséine (les constituants de *WPI*) est  $10^4$  à  $10^8$  fois plus lente que celle des tensioactifs usuels ioniques ou non-ioniques ( $B_i^{WPI} \ll B_i^{Tween\ 20}$ ). Ce résultat pourrait donc fournir une explication de l'absence de rupture dans le cas du Tween 20.



Cette approche théorique apporte donc un élément de réponse pour expliquer la différence de comportement de ces deux tensioactifs dans le mécanisme de rupture d'une bulle. Il ne s'agit bien entendu que d'une approche préliminaire qui cependant ouvre la voie pour des investigations futures notamment par quantification des nombre de Biot et Peclet.

## X. Conclusion

En conclusion, ce chapitre a été dédié à l'étude de la déformation et la rupture de bulles d'air dans un liquide newtonien. Nous avons dans un premier temps étudié l'influence de la configuration des agitateurs et ensuite tenté de quantifier un nombre capillaire critique

pour la rupture des bulles. Enfin, nous avons comparé l'effet de la substitution du WPI par le Tween 20 sur la déformation et la rupture des bulles.

L'observation optique par caméra dans le cas d'un train de bulles a permis de mettre l'accent sur l'impact de la configuration des agitateurs sur la trajectoire des bulles. L'étude qualitative par visualisation optique a montré que la configuration où les agitateurs sont collés avec un angle de décalage de  $30^\circ$  améliore les propriétés distributives de la dispersion. Ce décalage modifie l'écoulement et induit des déformations progressives sur les bulles jusqu'à la rupture par leurs extrémités. De plus, l'espacement entre deux éléments successifs entraîne la relaxation des bulles dans cette zone où le cisaillement est faible.

L'approche quantitative a été réalisée en suivant la déformation et la rupture d'une bulle isolée et non confinée ayant un diamètre donné dans un système couette transparent. Ce dispositif nous a permis de déterminer le nombre capillaire critique ( $Ca_c$ ) et de montrer que la rupture par tip-streaming reste le mécanisme dominant. Dans notre cas, la valeur du  $Ca_c$  est proche de 0,5 et reste en accord avec des valeurs publiées. Le diamètre critique  $d_c$  prédit par le nombre capillaire est plus grand par rapport au diamètre moyen des bulles ( $d_{\text{moy}}$ ) obtenu lors du foisonnement (chapitre 1) pour les faibles gradients de vitesse. Ce phénomène confirme que la rupture par extrémité est le mécanisme prépondérant dans la colonne de foisonnement.

L'observation visuelle a montré que lorsque le WPI est utilisé comme agent tensioactif il se produit une déformation importante des bulles qui se termine par une rupture par l'extrémité. Par contre quand nous avons remplacé le WPI par le Tween 20 nous avons observé que la déformation des bulles ne conduit pas à la rupture. Cette différence ne peut probablement pas être due à la différence de la cinétique d'adsorption entre ces molécules aux interfaces gaz/liquide. L'estimation de  $\Gamma_\infty$  pour le Tween 20 a permis de montrer que cette concentration surfacique reste proche des constituants de WPI et n'est pas la cause de l'absence de rupture des bulles avec le Tween 20.

La suite de notre travail concerne la simulation numérique de l'écoulement dans la colonne à faible entrefer en utilisant les mêmes configurations que celles utilisées en chapitre 1. Nous verrons comment cette approche fournira des explications complémentaires sur les aspects dispersif et distributif du mélange dans ce dispositif.

## **Chapitre 3 : Etude numérique**



## **A- Synthèse bibliographique**

Les potentialités des nouveaux moyens numériques permettent de développer une approche locale qui complète l'approche globale classique du fonctionnement des systèmes d'agitation conventionnels.

Ce chapitre est divisé en trois parties :

La première partie est consacrée à l'utilisation de la mécanique des fluides numériques CFD dans la caractérisation de l'agitation et des écoulements générés pour des fluides visqueux avec une attention plus particulière sur la dispersion gaz-liquide.

Dans la deuxième partie, nous décrivons les paramètres de l'étude numérique pour la caractérisation des écoulements des configurations d'agitateurs au sein de la colonne de foisonnement utilisée expérimentalement.

Pour terminer, nous présentons et discutons, dans la troisième partie, les résultats obtenus, en mettant en avant les grandeurs locales d'intérêt pour l'étude et de les confronter aux résultats expérimentaux (chapitre 1 et 2).

### **I. Systèmes d'agitation et agitateurs pour des fluides visqueux : Approche numérique**

Les outils de calcul numérique, disponibles dans la littérature pour calculer l'écoulement dans différents systèmes d'agitation (cuve mécaniquement agitée sans ou avec chicanes, colonne à faible entrefer, etc.) munis des mobiles d'agitation seront exposés dans cette section. Ces méthodes peuvent être utilisées pour tout type de fluide. Différentes géométries d'agitateurs ont été modélisées et les résultats numériques et expérimentaux sont confrontés.

Dans la littérature, la comparaison de la performance de plusieurs géométries "classiques" pour des fluides de forte viscosité a notamment été étudiée. Par exemple, la revue de Brucato et al. (1998) cite l'utilisation des agitateurs standard (Fig. III. 1) utilisés au cours des opérations de mélange dans une cuve agitée avec ou sans chicanes. Ces agitateurs sont des agitateurs à refoulement radial (Fig. III. 1a et III. 1b) et axial (Fig. III. 1c).

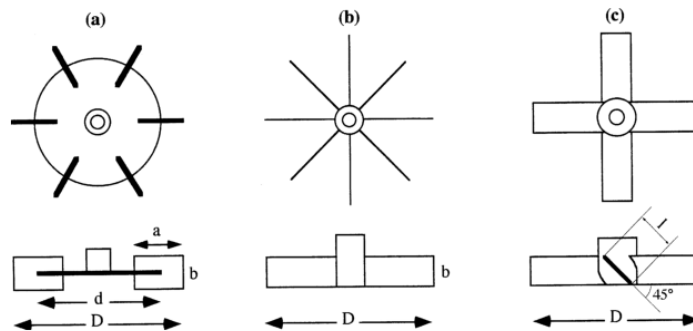


Fig. III. 1. Forme et dimensions caractéristiques de quelques agitateurs : (a) turbine (de type Rushton) ; (b) agitateur à 8 pales droite ; (c) turbine à pales inclinées (Brucato et al., 1998).

Il existe des méthodes expérimentales pour l'étude de l'écoulement généré par les agitateurs. On peut citer Nagata (1975), Brucato et al (1998), Sumi et Kamiwano (2001) qui ont étudié l'efficacité d'agitateurs de type ancre, à palette, à rubans, à portes, à étages, etc. sur l'écoulement des fluides de viscosité variable. La géométrie de quelques uns de ces agitateurs est présentée sur figure III. 2.

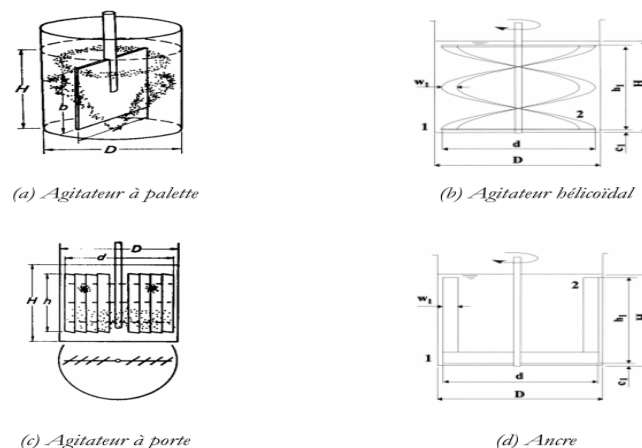


Fig. III. 2. Quelques agitateurs standards (Sumi et Kamiwano (2001))

Par exemple, Sumi et Kamiwano (2001) ont utilisé des fluides très visqueux (0,1 - 10 Pa.s) et ont rapporté que les temps de brassage du fluide sont les plus faibles pour des agitateurs à étages. Ces agitateurs, construits en combinant divers types d'agitateurs le long de l'axe de rotation, privilégient de fortes circulations de fluide sur l'ensemble de la cuve. Ils permettent la réduction des zones stagnantes et réduisent la consommation énergétique. Cette configuration d'agitateurs permet d'améliorer les caractéristiques du mélange dans la cuve ; à savoir : le temps de mélange, le temps de circulation, l'efficacité de mélange, le profil d'écoulement, etc. Les agitateurs à rubans permettent aussi un brassage uniforme et rapide.

Cependant, ils sont efficaces si la zone occupée par l'agitateur est étendue. Pour les palettes, le fluide étant mis en rotation tangentielle, le brassage est peu développé. Enfin, concernant les ancrs, les échanges de matière et de chaleur se situent principalement près de l'agitateur et une zone morte peut se développer près de l'axe.

De nombreux travaux se sont intéressés à l'étude numérique par CFD (Computational Fluid Dynamic) des écoulements monophasiques et/ou diphasiques dans différents systèmes d'agitation.

Les études de Kukuková et al. (2005) et Jahoda et al. (2007) sont focalisées sur la prédiction de l'homogénéisation du liquide dans les réservoirs mécaniquement agités de type cuve agités standards à l'aide de la méthode CFD. Jahoda et al. (2009) ont également étudié numériquement le processus d'homogénéisation de liquide et l'écoulement gaz/liquide dans une cuve agitée munie d'une turbine à pales inclinées. Les auteurs ont utilisé un maillage approprié d'éléments hexaédriques pour identifier le domaine de calcul. Les contours de l'amplitude de la vitesse de liquide en absence et en présence de gaz sont donnés par la figure III. 3.

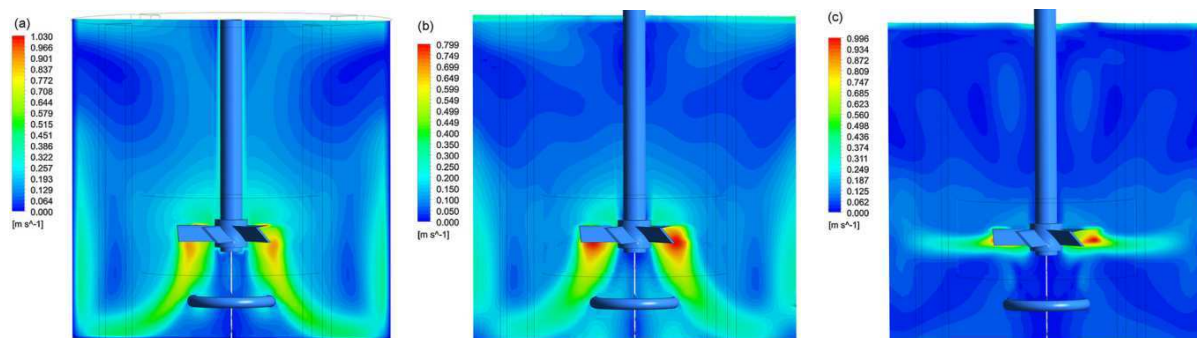


Fig. III. 3. Contours de l'amplitude de la vitesse du liquide (eau) dans le plan vertical entre deux chicanes. (a) absence de gaz ; (b)  $G = 1$  L/min ; (c)  $G = 4$  L/min.

La figure III. 3 montre une instabilité du profil de l'écoulement en présence de gaz à différents débits d'injection. Les résultats de la simulation révèlent que la phase gaz introduite par le dessous a une influence non seulement sur le débit de refoulement de liquide par l'agitateur mais également sur le mouvement du liquide dans la cuve. En effet, dans le cas du faible débit de gaz (Fig. III. 3b), le mode d'écoulement de liquide par un agitateur à refoulement de type axial est similaire à celui d'un système monophasique (Fig. III. 3a). Le débit de liquide est alors dominant. Lorsque le débit de gaz augmente à 4 L/min (Fig. III. 3c), l'injection des bulles devient plus importante et par conséquent, le refoulement de liquide par cette turbine devient identique au refoulement de type radial. De ce fait, il apparaît des

boucles de circulation symétriques dans la zone au-dessus de la l'agitateur. Les auteurs parlent alors d'une transition d'écoulement entre un refoulement direct et indirecte, qui dépend du débit volumique de gaz.

Une étude numérique par CFD sur l'efficacité d'un système d'agitation creux à auto-induction du gaz dans une cuve cylindrique a été effectuée par Murthy et al. (2007). Ce système est décrit en détail par Deshmukh et al. (2006). Il s'agit d'une turbine à flux descendant munie des pales inclinées (*pitched blade downflow turbines, PBDT*) (Fig. III. 4a). Le principe de l'auto-induction est schématisé par la figure III. 4b.

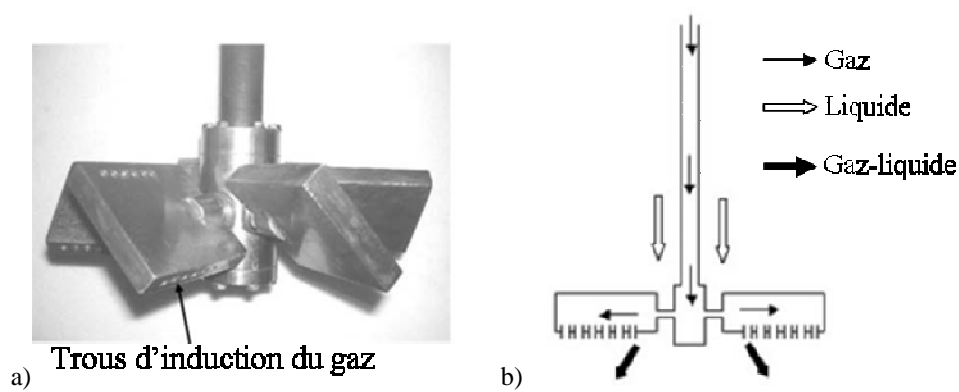


Fig. III. 4. (a) schéma de l'agitateur PBDT et (b) mécanisme de l'auto-induction du gaz. (d'après Deshmukh et al., 2006).

Pour estimer l'écoulement et le profil de pression, Murthy et al. (2007) ont adapté une simulation 3D tant pour le cas monophasique que diphasique (gaz-liquide). Les auteurs ont choisi le modèle «*Multiple Reference Frame, MRF*» pour simuler l'interaction entre la turbine en rotation et les chicanes (*baffles*) fixes.

Dans le cas de la simulation monophasique, Murthy et al (2007) ont trouvé une bonne concordance entre les résultats de la simulation et expérimentaux sur le calcul du nombre de Newton. Ensuite, les auteurs ont étudié le champ d'écoulement généré par l'agitateur à différentes vitesses de rotation. Les auteurs ont rapporté que cette turbine pompe le liquide dans la direction de l'extérieur à travers l'extrémité verticale de la pale ce qui suggère l'existence de boucles de circulation. La pression statique diminue avec l'augmentation de la vitesse de rotation qui devrait conduire à une augmentation du taux d'induction de gaz. Il devient également évident que la pression à la face inférieure de la pale est plus élevée que celle à la face arrière

En ce qui concerne la simulation biphasique, les simulations CFD ont tendance à sous-estimer le nombre de Newton mesuré expérimentalement. Ceci est attribué à la formation d'une cavité derrière la pale qui réduit effectivement la puissance transmise au liquide. Par conséquent, la formation d'un vortex dans les zones de faible pression derrière la pale est favorisée.

En plus de son induction via les trous, la dispersion du gaz dans le liquide joue un rôle important dans les performances du système d'agitation. Les figures III. 5a et III. 5b montrent la simulation de la fraction volumique du gaz, respectivement, dans le plan vertical contenant l'agitateur et dans le plan horizontal.

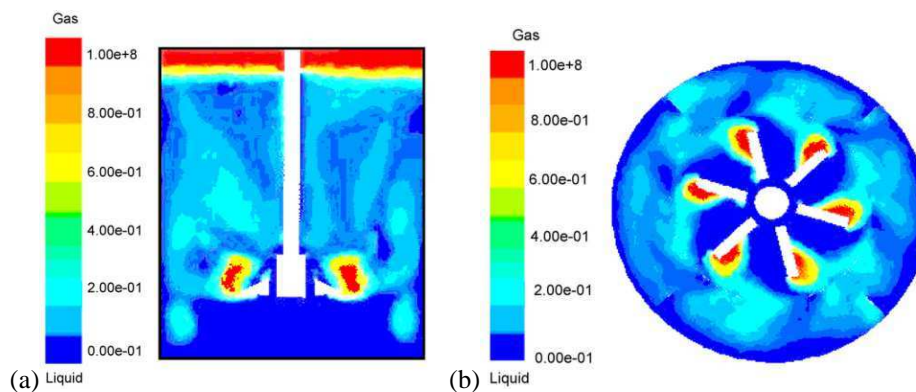


Fig. III. 5. Contours de la fraction volumique du gaz (pour  $N = 250$  tr/min,  $G = 0,001$  m<sup>3</sup>/s) dans le plan: (a) vertical et (b) horizontal de l'agitateur *PBTD* 60° (d'après Murthy et al., 2007).

Le gaz induit par les trous suit les lignes d'écoulement générées par l'agitateur. Le profil de l'écoulement montre que l'accumulation du gaz dans les zones de recirculation se fait au-dessus et en dessous du plan de l'agitateur. En outre, dans la région de basse pression située derrière la pale de l'agitateur, le gaz a tendance à s'accumuler en formant des cavités de gaz. De plus, le gaz sortant des orifices pénètre dans la cavité sans formation de jet. La figure III. 5a montre clairement que les fractions du gaz élevées sont rencontrées à proximité de l'arbre et du mobile d'agitation. Cette zone est caractérisée par un flux du liquide descendant entraînant ainsi le gaz.

Barailler et al. (2006) ont caractérisé l'hydrodynamique en régime laminaire d'un mélangeur rotor-stator immergée dans un réservoir contenant un fluide newtonien de viscosité variable (0,5 – 29 Pa.s). La tête du RS est composé d'un agitateur rotatif à 4 pales dans un stator fixe comportant 72 fentes, 8 orifices d'aspiration sur le côté supérieur et une ouverture libre d'en bas. Dans leur étude d'hydrodynamique, les auteurs ont opté pour la simulation numérique par CFD avec des maillages 2D et 3D. La distribution 2D de la contrainte de cisaillement dans le rotor est présentée sur la figure III. 6.

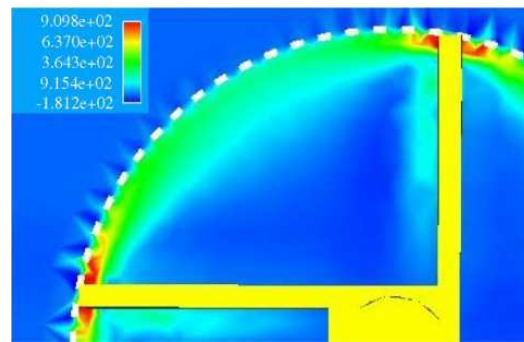


Fig. III. 6. Distribution 2D de la contrainte de cisaillement (en Pa) à 200 rpm (Barailler et al., 2006)

L'examen de la figure III. 6 révèle que la valeur maximale (en rouge) de la contrainte est obtenue dans l'entrefer entre l'extrémité de la pale et le stator. Ceci indique que le fluide est fortement cisailé dans cette zone de faible volume.

La figure III. 7a et III. 7b représentent respectivement en 2D le champ de vitesse et le profil de la pression à 100 tr/min au niveau de la section horizontale qui coupe le plan du stator en deux.

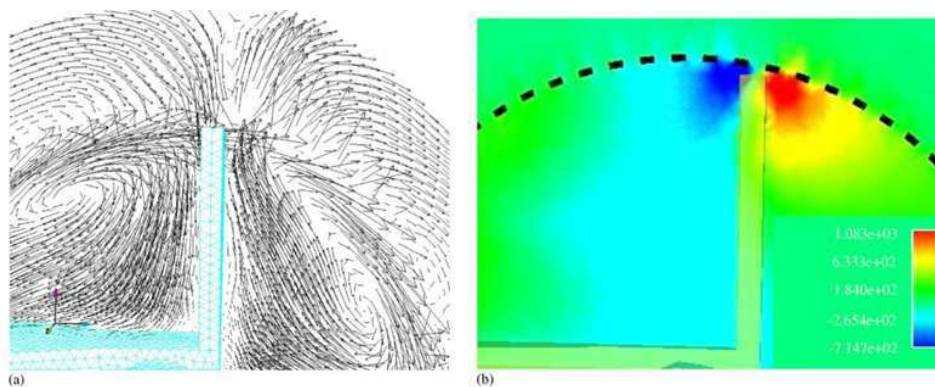


Fig. III. 7. (a) champ de vitesse et (b) profil de pression à 100 tr/min (Barailler et al., 2006).

D'après Barailler et al. (2006), le champ de vitesse dans le stator représente un écoulement secondaire : c'est un écoulement qui correspond à l'éjection du fluide par le mobile d'agitation. Un refoulement du fluide à travers le stator peut être observé à l'avant de la pale et une récupération du fluide se produit derrière la pale. Le champ de vitesse (Fig. III. 7a) donne une idée de la complexité de l'écoulement et l'échange du fluide entre l'intérieur et l'extérieur de la tête du rotor à travers les fentes du stator. La figure III. 7b montre la répartition de la pression sur une section horizontale. Cette figure met en évidence une dépression derrière la pale et une surpression devant la pale, ce qui est en concordance avec le champ de vitesse. Les lignes de courants engendrées par cette géométrie dans le reste de la



cuve sont représentées sur la figure III. 8. Il est assez clair que le réservoir n'est que partiellement agité. L'écoulement est limité à la région du rotor-stator.

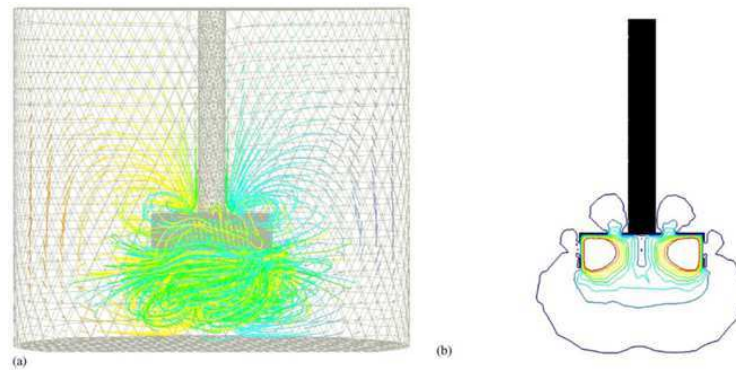


Fig. III. 8. (a) lignes de courant et (b) contours de vitesse à 300 tr/min (Barailler et al., 2006).

Yataghene et al (2008) se sont intéressés à la caractérisation de l'hydrodynamique dans un échangeur à surface raclé (ESR) en régime laminaire. Ils ont particulièrement étudié, par simulation numérique, l'écoulement et le taux de cisaillement générés par cette géométrie pour le cas des fluides newtoniens et non newtoniens. Un maillage hybride 2D raffiné autour des pales racleuses est utilisé pour identifier le domaine du calcul est représenté sur la figure III. 9a.

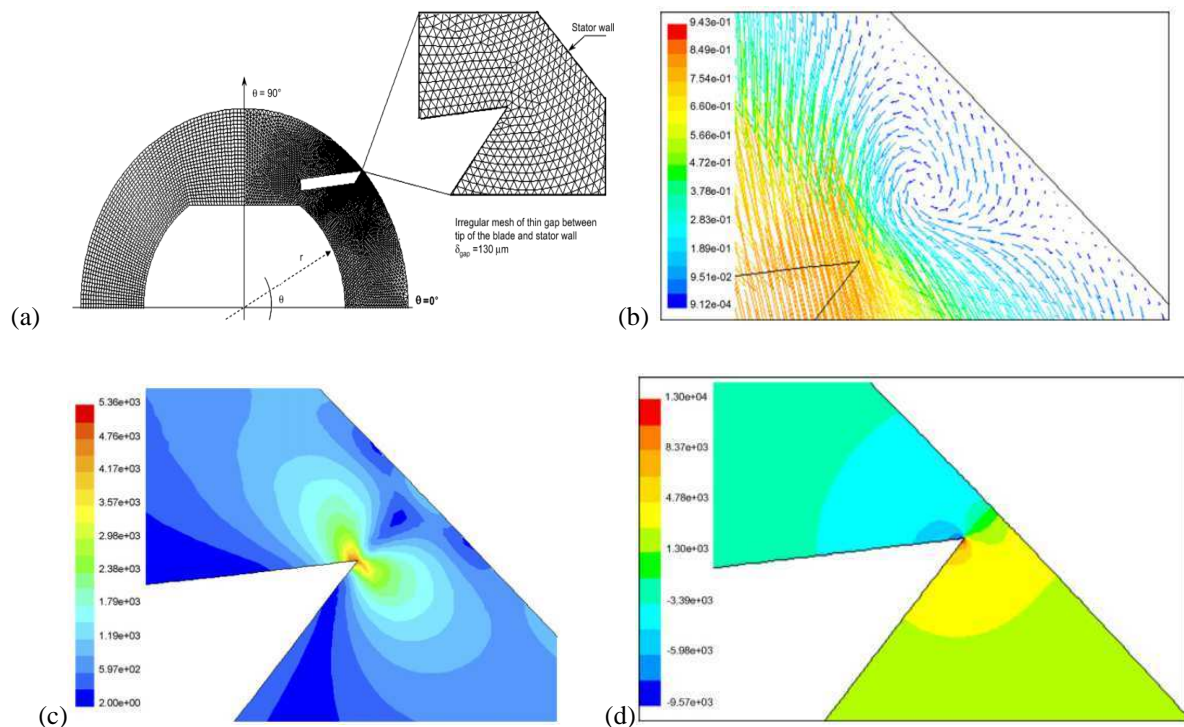


Fig. III. 9. (a) domaine de calcul 2D dans l'ESR ; (b) champ du vecteur vitesse entre le bout de pale et la paroi dans le cas d'une solution à 0,7% CMC,  $N = 1$  tr/s ; (c) amplitude du taux de cisaillement dans l'entrefer et (d) distribution de la pression au voisinage de la pale. (d'après Yataghene et al., 2008).

La figure III. 9b représente le champ du vecteur vitesse dans l'entrefer. On remarque que l'intensité la plus élevée de la vitesse est obtenue à proximité de la pale. De plus, une zone de recirculation est apparue dans l'entrefer. Les auteurs ont signalé que la présence des zones de recirculation du fluide est à l'origine de la perturbation du profil de taux de cisaillement obtenu expérimentalement. Le gradient de cisaillement est maximal au bout de la pale racleuse et il diminue dans les zones stagnantes situées à proximité des parois du stator et de la pale racleuse (Fig. III. 9c). La figure III. 9d montre la distribution de la pression dans la zone proche de l'extrémité de la pale racleuse. Ceci met en évidence une dépression derrière la pale et une surpression devant la pale, ce qui est cohérent avec les champs de vitesse dans cette région.

## II. Conclusion

La simulation numérique est un outil intéressant pour accéder à l'écoulement à l'échelle locale lorsqu'il est difficile de l'obtenir expérimentalement. De nombreuses études existent pour étudier le design des agitateurs mais la plupart sont conduites dans des cuves agitées c'est-à-dire dans une géométrie moins confinées que celle de la colonne de foisonnement. Nous nous sommes intéressés à l'étude de la caractérisation hydrodynamique des écoulements (détermination des champs de vitesse, des contraintes de cisaillement, l'étude des profils de pression) au sein la colonne utilisé à l'échelle du procédé et expliquer les phénomènes observés à l'échelle locale par analyse d'image. Comme la plupart des études numériques de la littérature, notre étude sera conduite en monophasique car cela est moins coûteux en temps de calcul tout en donnant accès à des grandeurs exploitables.

Il faut préciser que la simulation a fait l'objet d'une collaboration avec l'équipe de professeur Dominique Della Valle de l'école Polytechnique de l'Université de Nantes. Nous tenons à la remercier pour sa contribution.



## B- Description de l'étude numérique

### III. Géométrie des agitateurs

Les agitateurs qui font l'objet de cette étude numérique sont les mêmes que ceux décrits dans l'approche expérimentale dans le chapitre 1. Pour mémoire, on rappelle que ces configurations (Fig. III. 10) diffèrent les unes des autres sur l'angle de décalage ( $\theta$ ) et/ou de l'écartement ( $\delta$ ) entre deux agitateurs successifs. Elles peuvent donc être subdivisées en deux groupes : (i) configurations compactes (GEOM0 et GEOM1) et (ii) configurations espacées (GEOM 2 et 3). GEOM0 et GEOM2 sont alignées par contre GEOM 1 et GEOM3 sont décalées d'un angle de  $30^\circ$  dans le sens des aiguilles d'une montre.

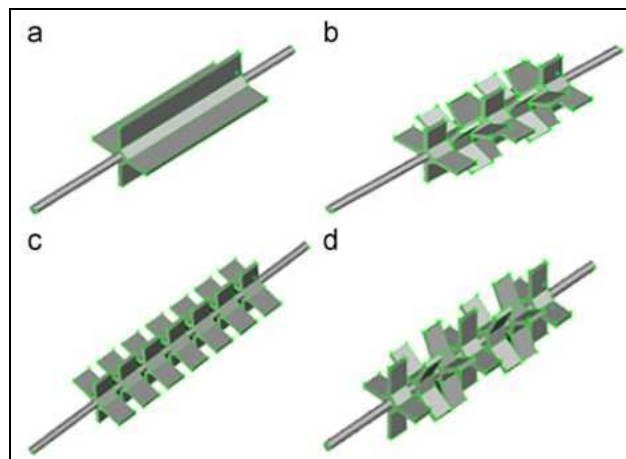


Fig. III. 10. Schéma des configurations d'agitateurs à pales droites : (a) GEOM0 ( $\delta = 0$  mm ;  $\theta = 0^\circ$ ) ; (b) GEOM1 ( $\delta = 0$  mm ;  $\theta = 30^\circ$ ) ; (c) GEOM2 ( $\delta = 5$  mm ;  $\theta = 0^\circ$ ) et (d) GEOM3 ( $\delta = 5$  mm ;  $\theta = 30^\circ$ )

Chaque configuration est constituée de 7 agitateurs à pales droites. Les agitateurs sont montés en série sur l'axe d'agitation pour une longueur totale de 70 mm pour les configurations compactes et 100 mm dans le cas des configurations espacées.

### IV. Maillage du domaine de calcul

La définition du problème à résoudre s'effectue à l'aide du pré-processeur GAMBIT (Fluent<sup>TM</sup>. Inc). Le domaine de l'étude numérique est représenté schématiquement sur la figure III. 11.

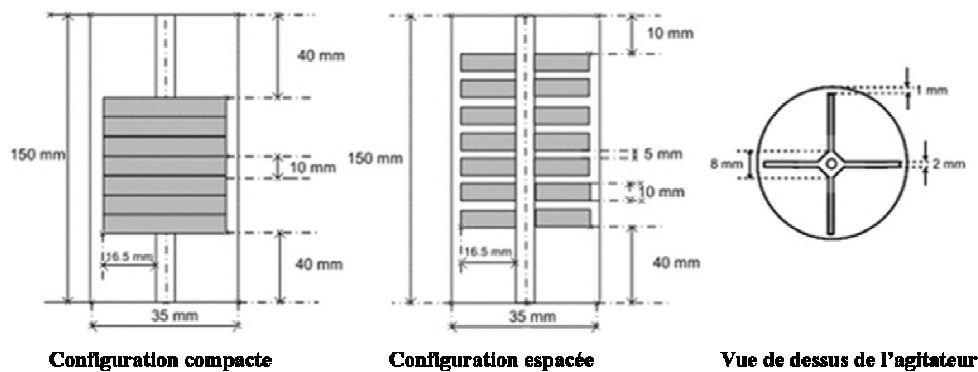


Fig. III. 11. Domaine de la simulation numérique

Tout le domaine numérique a été discrétisé par un maillage à éléments quadrilatéraux, imposé par la technique de résolution dite «Rotating Reference Frame RF» présentée ultérieurement. Le maillage a été raffiné près de la paroi de la colonne et aux extrémités des pales de l'agitateur mécanique pour obtenir une bonne représentativité des forts gradients de cisaillement présents dans ces zones. Le gradient de cisaillement est le paramètre utilisé pour vérifier l'indépendance du maillage. En particulier, la variation du gradient du cisaillement au niveau de l'entrefer est choisie comme critère pour définir la taille de maille. L'erreur relative d'une maille à l'autre est définie par la relation suivante (III. 1):

$$Er(\%) = \frac{|\dot{\gamma}_{i+1} - \dot{\gamma}_i|}{\dot{\gamma}_i} \quad (\text{III. 1})$$

Lorsque l'erreur devient inférieure à 1%, la taille de la maille est jugée satisfaisante. Les résultats de calcul pour GEOM0 sont présentés dans le tableau III. 1.

Tableau III. 1. Influence de la taille de maille sur l'estimation du taux de cisailement

Maille	Nombre total des cellules	$\dot{\gamma}$ (s <sup>-1</sup> )	Erreur relative Er (%)
M1	463100	2946	-
M2	936560	2750	6,6
M3	1079120	2797	1,7
M4	1578400	2822	0,8

La maille M4 comprenant 1578400 éléments quadrilatéraux semble donc suffisante pour réaliser l'étude numérique. L'indépendance du maillage est ultérieurement vérifiée par

l'évolution du gradient de cisaillement sur le diamètre de la colonne en absence de pale (figure III. 12).

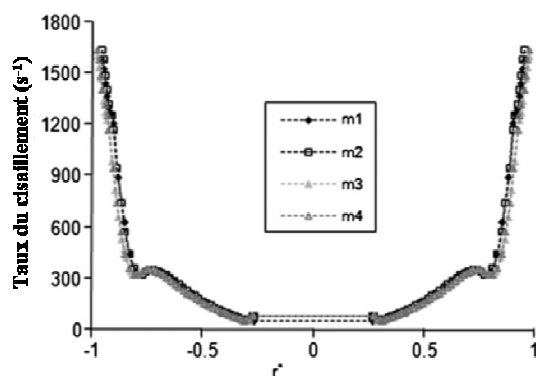


Fig. III. 12. Variation du taux de cisaillement radial en fonction de la taille de la maille pour GEOM 0.

La procédure est répétée pour les autres configurations. Le nombre total des cellules ainsi que le temps de calcul sont donnés dans le tableau III. 2.

Tableau III. 2. Nombre et distribution des cellules de maille utilisées dans la simulation CFD

Configuration	Nombre total des cellules	Nombre des cellules dans l'entrefer	Temps du calcul (min)
GEOM 0	1578400	64	680
GEOM 1	2051760	64	1440
GEOM 2	2000800	64	960
GEOM 3	2697620	64	1650

La vue de dessus des deux configurations d'agitation GEOM0 et GEOM1 avec la maille M4 est présentée à la figure III. 13.

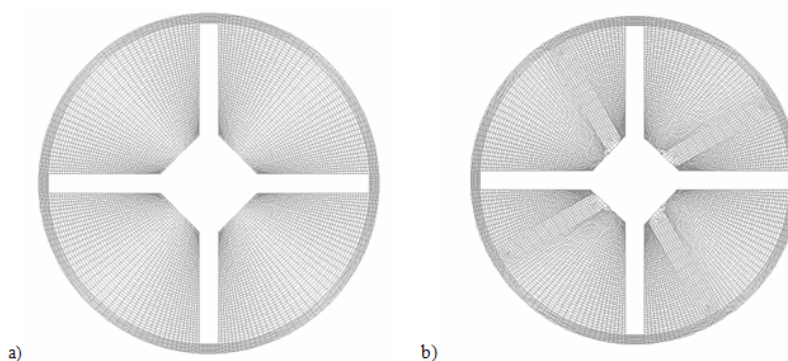


Fig. III. 13. Maille au niveau de la section entre 2 agitateurs pour : (a) GEOM 0 et (b) GEOM 1.

## V. Modèle numérique

Le calcul numérique a été mené à l'aide du code de calcul commercial Fluent, qui utilise la méthode des volumes finis pour résoudre, en coordonnées cartésiennes, les équations de continuité et de transport de la quantité de mouvement pour un fluide newtonien en régime laminaire.

Le bilan de la quantité de mouvement s'appuie sur l'équation du Navier-Stokes:

$$\frac{\partial}{\partial t}(\rho \vec{v}) + \nabla(\rho \vec{v} \vec{v}) = -\nabla p + \nabla(\vec{\tau}) + \rho \vec{g} + F \quad (\text{III. 2})$$

Avec  $\vec{\tau}$  le tenseur des contraintes et F les forces externes appliquées à l'élément de volume.

L'équation de la continuité est donnée par :

$$\frac{\partial \rho}{\partial t} + \nabla(\rho \vec{v}) = 0 \quad (\text{III. 3})$$

Pour modéliser des systèmes en rotation, le «Moving Reference Frame RF» permet une modélisation très précise de l'écoulement. Le modèle repose sur des approximations stationnaires : l'agitateur est maintenu stationnaire tandis que l'écoulement autour de l'agitateur est imposé par la rotation du stator (colonne).

Dans le référentiel relatif, la vitesse est alors donnée par l'expression suivante :

$$\vec{v}_r = \vec{v} - (\vec{\Omega} \times \vec{r}) \quad (\text{III. 4})$$

Où  $\Omega$  est la vitesse de rotation.

En tenant compte de l'équation (III. 4) et après réarrangement, le terme de gauche de l'équation (III. 2) peut s'écrire ainsi :

$$\frac{\partial}{\partial t}(\rho \vec{v}_r) + \nabla(\rho \vec{v}_r \vec{v}_r) + \rho(2\vec{\Omega} \times \vec{v}_r + \vec{\Omega} \times \vec{\Omega} \times \vec{r}) + \rho \frac{\partial \vec{\Omega}}{\partial t} \times \vec{r} \quad (\text{III. 5})$$

Et l'équation de continuité devient donc :

$$\frac{\partial \rho}{\partial t} + \nabla(\rho \vec{v}_r) = 0 \quad (\text{III. 6})$$

Dans l'approche RF, les équations de Navier-Stokes et de continuité sont résolues pour chaque vitesse de rotation ( $\Omega$ ). Ainsi, dans les domaines liés à l'agitateur, les forces de *Coriolis* et *centrifuges* sont incluses dans les équations.

Pour la caractérisation hydrodynamique au sein de la colonne, l'écoulement est supposé incompressible et isotherme. Les conditions aux limites avec la méthode RF sont :

- A la paroi de la colonne :  $r = D/2$  ;  $v = 0$  ;
- Dans le rotor et au niveau des pales :  $r = d/2$  ;  $v = \Omega \times r$  ;

- Conditions aux limites à l'entrée et à la sortie :  $z = 0$  ;  $z = L$ .

Le débit d'entrée de la colonne est de 30 mL/min et les vitesses de rotation testées sont 400, 800, 1200 et 1600 tr/min. La viscosité et la densité du fluide sont équivalentes à celles de la solution expérimentale.

Les équations de Navier-Stokes et de continuité sont intégrées et discrétisées sur chacune des mailles du volume à l'aide du schéma « Second-Order Upwind Differencing ». L'algorithme SIMPLE (Semi-Implicit Method for Pressure-Linked Equations), pour le couplage entre la vitesse et la pression, est retenu dans le cadre de ce travail. Le critère de convergence est la valeur des résidus des différents paramètres de l'écoulement. Le logiciel Fluent cessera dès lors que tous les résidus calculés sont inférieurs à  $10^{-6}$ .

Les grandeurs locales importantes du modèle sont le champ de pression, le profil de vitesse, le tenseur du taux de déformation et le taux de dissipation locale. Ces grandeurs de sortie ne sont pas dans Fluent; elles nécessitent un calcul ultérieur. Le taux de cisaillement généralisé, le taux d'élongation et le taux de dissipation sont calculés à partir des composantes de la vitesse et sont données respectivement par les équations (III. 7), (III. 8) et (III. 9) :

$$\dot{\gamma} = \left( 2\left(\frac{\partial U}{\partial x}\right)^2 + 2\left(\frac{\partial V}{\partial y}\right)^2 + 2\left(\frac{\partial W}{\partial z}\right)^2 + \left(\frac{\partial U}{\partial y} + \frac{\partial V}{\partial x}\right)^2 + \left(\frac{\partial U}{\partial z} + \frac{\partial W}{\partial x}\right)^2 + \left(\frac{\partial V}{\partial z} + \frac{\partial W}{\partial y}\right)^2 \right)^{1/2} \quad (\text{III. 7})$$

$$\dot{\varepsilon} = \frac{U^2 \frac{\partial U}{\partial x} + V^2 \frac{\partial V}{\partial y} + W^2 \frac{\partial W}{\partial z} + UV\left(\frac{\partial U}{\partial y} + \frac{\partial V}{\partial x}\right) + UW\left(\frac{\partial U}{\partial z} + \frac{\partial W}{\partial x}\right) + VW\left(\frac{\partial V}{\partial z} + \frac{\partial W}{\partial y}\right)}{U^2 + V^2 + W^2} \quad (\text{III. 8})$$

$$\varepsilon = \frac{\eta_c \dot{\gamma}^2}{\rho} \quad (\text{III. 9})$$

La puissance consommée  $P$  peut être calculée par intégration du taux de dissipation de l'énergie sur le volume total de la colonne (III. 10) :

$$P = \iiint_V \varepsilon dV \quad (\text{III. 10})$$

En connaissant la puissance dissipée, on peut déterminer le nombre adimensionnel de puissance ou nombre de Newton  $Ne$ :

$$Ne = \frac{P}{\rho_L N^3 D_a^5} \quad (\text{III. 11})$$

Le nombre de Reynolds dans un système en rotation est toujours :

$$Re = \frac{\rho_L N D_a^2}{\eta_c} \quad (\text{III. 12})$$

Dans un écoulement laminaire,  $Ne$  devrait suivre la tendance telle que :

$$Ne = \frac{K_p}{Re} \quad (\text{III. 13})$$

L'équation (14) permet alors de déterminer la constante  $K_p$  qui est une valeur caractéristique des systèmes d'agitation. Elle est déterminée numériquement pour chacun des agitateurs et est comparée aux valeurs de l'étude expérimentale ( $\beta$ ).

## C- Résultats & discussions

### VI. Comparaison expérimentale et numérique de $K_p$

L'analyse des résultats de la simulation numérique concerne tout d'abord une comparaison globale de la puissance dissipée avec les données expérimentales. La constante  $K_p$  est déterminée par régression. La figure III. 14 présente la variation du nombre de puissance en fonction du nombre de Reynolds pour la géométrie GEOM 0.

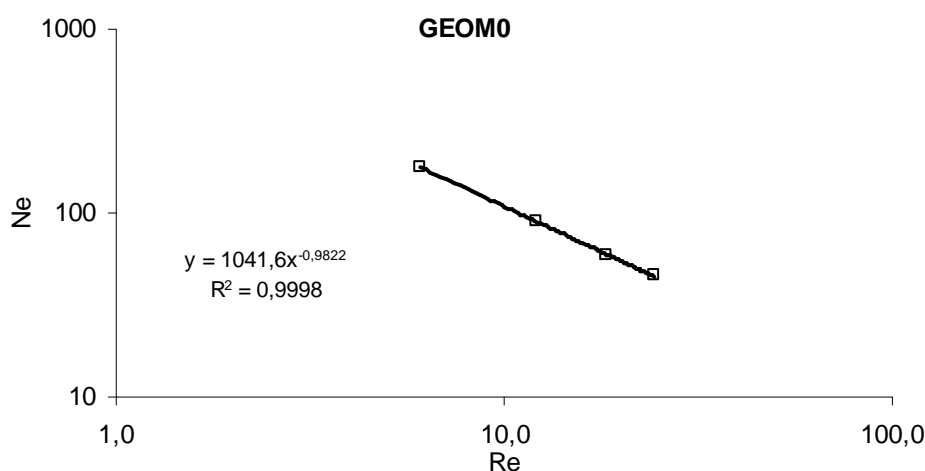


Fig. III. 14. Détermination numérique de la constante  $K_p$  pour la géométrie GEOM0

La pente de la droite  $Ne = f(Re)$  est proche de -1, ce qui est en bonne concordance avec l'approche théorique du mélange en régime laminaire. Le tableau III. 3 regroupe les valeurs expérimentales et numériques de  $K_p$  pour les quatre configurations utilisées.

Tableau III. 3. Valeurs expérimentales et numériques de  $K_p$

Configuration	Expérimental	Numérique
GEOM 0	$1700 \pm 300$	$1000 \pm 200$
GEOM 1	$1500 \pm 200$	$1210 \pm 40$
GEOM 2	$1900 \pm 200$	$1200 \pm 300$
GEOM 3	$2300 \pm 400$	$1440 \pm 70$

Les valeurs de  $K_p$  numériques sont du même ordre de grandeur que les valeurs expérimentales mais restent globalement inférieures. La constante  $K_p$  dépend de l'angle et l'espacement entre deux agitateurs successifs. Les configurations espacées présentent un  $K_p$  plus important que les configurations compactes ce qui avait déjà été constaté

expérimentalement. En revanche, la simulation numérique ne confirme pas le côté moins énergivore des configurations décalées par rapport aux configurations alignées.

## VII. Modélisation de l'écoulement

On s'intéresse tout d'abord au profil général 3D de l'écoulement dans la colonne. En particulier, la figure III. 15 met en évidence les lignes de courants générées par les différents agitateurs dans l'ensemble de la colonne. Etant donné que l'écoulement est permanent, on peut parler également des trajectoires.

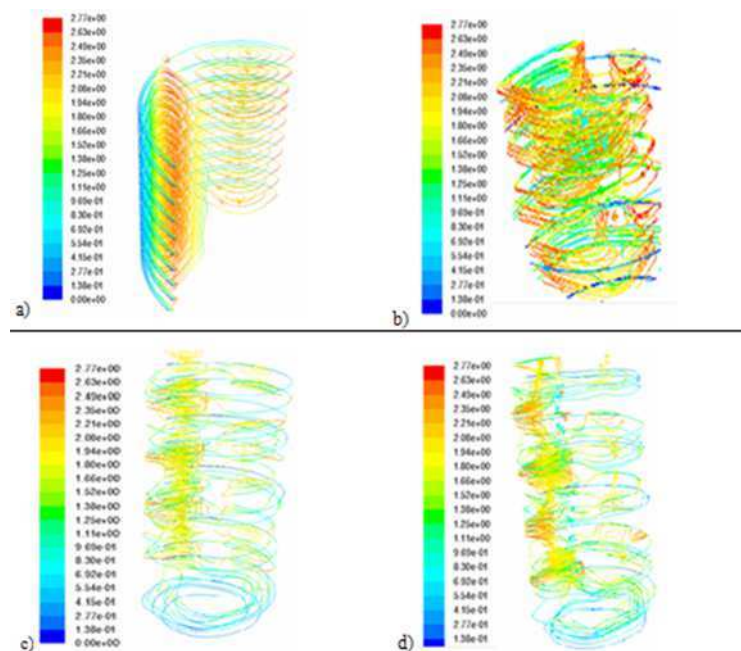


Fig. III. 15. Lignes de courants en 3D de l'intensité de la vitesse (m/s) à  $Re = 24$  : (a) GEOM0, (b) GEOM1, (c) GEOM2 et (d) GEOM3.

Dans la configuration compacte-alignée (Fig. III. 15a), le fluide n'a pu faire un tour complet autour de l'axe d'agitation. Ceci peut signifier que l'aspect distributif du mélange demeure faible pour cette configuration ; en effet, le fluide semble rester entre les deux agitateurs dans lequel il pénètre à l'entrée de la colonne. Ceci n'est pas observé dans le cas des autres configurations (Fig. III. 15b, III. 15c et III. 15d). On remarque plus particulièrement pour la configuration compacte-décalée (Fig. III. 15b) que les lignes de courant sont plus denses et occupent tout le volume de la colonne indiquant ainsi l'amélioration de la distributivité du mélange dans la colonne. Ce phénomène avait également été observé expérimentalement lors de l'analyse des trajectoires de bulles. Les lignes de courant données par la simulation numérique peuvent donc représenter les trajectoires que prendraient les bulles dans la colonne.



On cherche maintenant à observer des grandeurs à des endroits clés de la colonne. Les zones de mesure sont précisées sur la figure III. 16. Il s'agit notamment de déterminer les valeurs de vitesse, de cisaillement, d'élongation et de pression soit au niveau axial dans l'entrefer ( $R_{1,z}$ ) ou dans l'espace entre deux pales d'un même agitateur ( $R_{2,z}$ ), soit au niveau de la section transversale entre deux agitateurs successifs (AA').

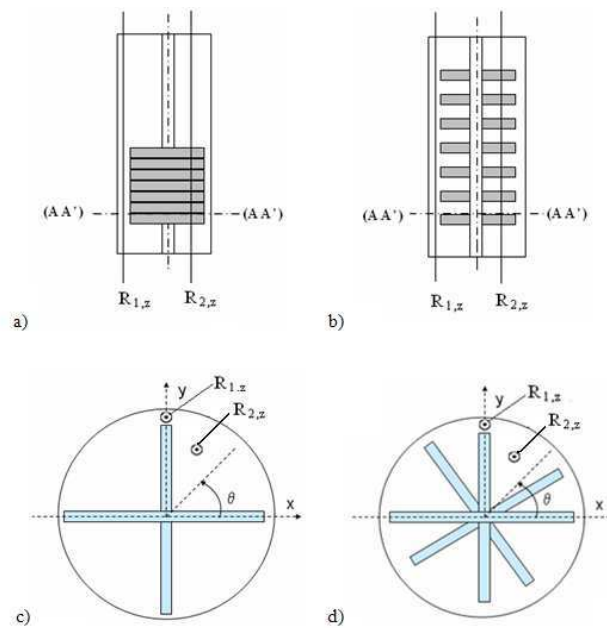


Fig. III. 16. Points de localisation des variables locales : (a) GEOM0 et GEOM1 et (b) GEOM2 et GEOM3 :  $R_{1,z}$  : dans l'entrefer ( $x = 0 \text{ mm}$  ;  $y = 17 \text{ mm}$ ) ;  $R_{2,z}$  : dans le volume ( $x = 5 \text{ mm}$  ;  $y = 8 \text{ mm}$ ), (c) section transversale des agitateurs alignés,  $\theta$  : angle pour le profil radial et (d) : section transversale des agitateurs décalés.

La figure III. 17 montre la variation du module de la vitesse sur l'ensemble de la colonne au niveau de l'entrefer paroi-pale et dans l'espace entre deux pales d'un même agitateur.

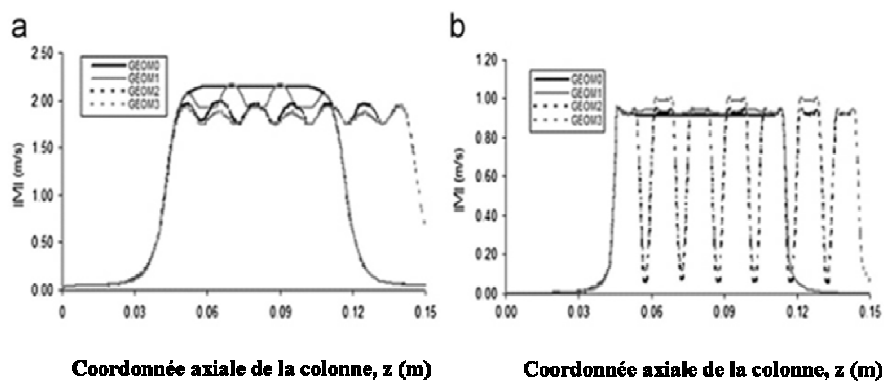


Fig. III. 17. Profile du module de la vitesse longitudinale à  $Re = 24$  : (a)  $R_{1,z}$  : entrefer pale-paroi et (b)  $R_{2,z}$  : dans le volume.

On remarque que pour la configuration compacte-alignée (GEOM 0) la vitesse est constante dans l'entrefer (Fig. III. 17a). Ce résultat laisse penser à ce qu'il se passe dans un système couette. En rajoutant un espacement ou un angle entre deux agitateurs successifs (GEOM1, GEOM2 et GEOM3), on assiste à une légère fluctuation du module de la vitesse. Les différentes configurations ne changent pas foncièrement le module de la vitesse au niveau de l'entrefer. En revanche à une position  $R_{2,z}$  (Fig. III. 17b), l'ajout d'un espacement entre deux agitateurs réduit drastiquement l'amplitude de la vitesse. Des zones stagnantes sont donc créées entre les deux agitateurs successifs dans ces configurations.

On peut ensuite s'intéresser au profil de vitesse dans la section transversale entre deux agitateurs. La figure III. 18 montre quelques différences remarquables entre les différentes configurations d'agitateur.

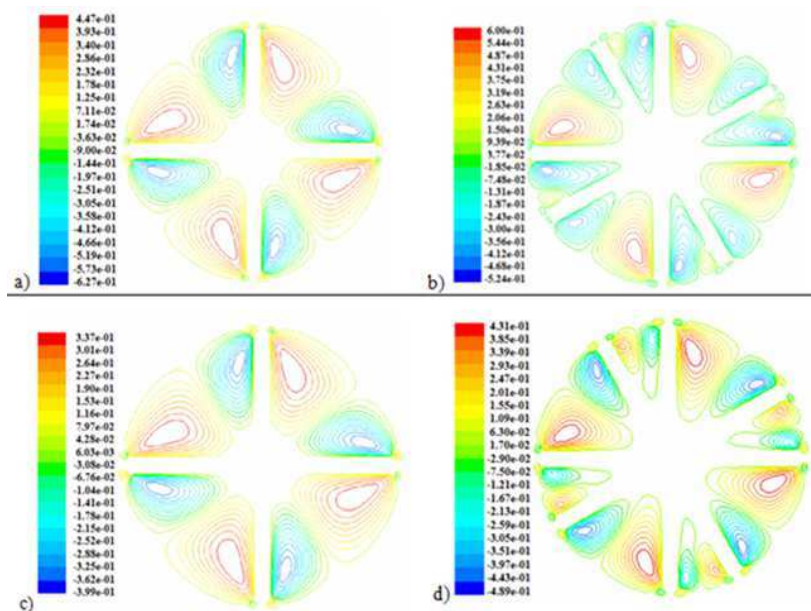


Fig. III. 18. Lignes de courant de la vitesse radiale à  $Re = 24$ : (a) GEOM0, (b) GEOM1, (c) GEOM2 et (d) GEOM3.

Nous observons l'apparition de vortex de Taylor entre deux pales d'un même agitateur. En absence d'angle de décalage (GEOM0 et GEOM2), une seule zone de vortex est détectée (Fig. III. 18a et III. 18c). Par contre, pour les configurations décalées de  $30^\circ$  (GEOM 1 et 3), les figure III. 18b et III. 18d montre une augmentation d'un facteur 2 du nombre de vortex entre deux pales du même agitateur. Notons que sur la figure III. 18, les couleurs des lignes de courant correspondent à l'intensité de la valeur algébrique de la vitesse radiale et que les lignes de courant mettent en évidence l'alternance de la rotation des vortex dans le sens horaire et anti-horaire. L'intensité des vortex formés peut être estimée par la valeur de la composante radiale de la vitesse dans la zone où elle atteint sa maximale (couleur rouge). Les

configurations décalées présentent des valeurs plus élevées de la composante radiale de la vitesse d'environ 20% par rapport à celles alignées. La multiplication des zones de vortex permet de surcroît d'augmenter les zones de recirculation ce qui explique le plus grand pouvoir distributif des configurations décalées.

Les résultats relatifs aux champs de vitesse informent sur quelques points relatifs au mélange distributif. Les configurations décalées génèrent des trajectoires complexes et plus « chaotiques » et le nombre des structures cohérentes se multiplie, ce qui fait que les volumes morts sont réduits favorisant ainsi un échange facile et un meilleur transfert radial avec l'environnement. Ces performances ont, par conséquent, un effet sur la dispersion du gaz par le fait qu'une bonne homogénéisation à une grande échelle limite la formation des poches de gaz. Ceci peut expliquer en partie la meilleure efficacité de foisonnement obtenue par la configuration compacte-décalée par rapport aux celles alignées.

## VIII. Taux de cisaillement

Afin de poursuivre l'analyse numérique des grandeurs locales, on présente sur la figure III. 19 les contours du taux du cisaillement.

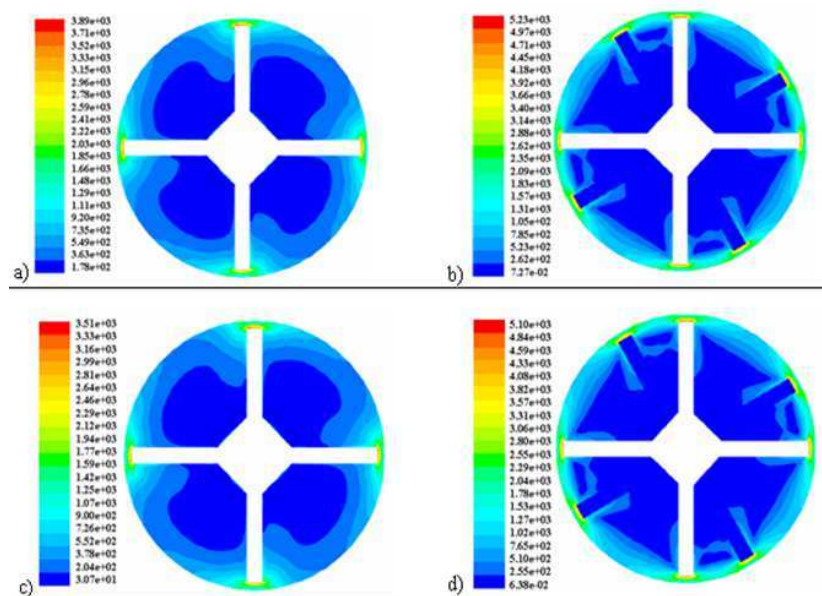


Fig. III. 19. Contours du taux de cisaillement ( $s^{-1}$ ) au niveau de la section (AA') à  $Re = 24$ : (a) GEOM0, (b) GEOM1, (c) GEOM2 et (c) GEOM3

L'examen de la figure III. 19 montre que la présence d'angle (Fig. III. 19b et III. 19d) entre deux agitateurs successifs induit une augmentation de 25% de l'intensité du taux de cisaillement maximal (au bout de la pale). Cependant, cette valeur maximale ne concerne

qu'un faible volume correspondant à un nombre réduit de cellules de maille. Ceci est supposément lié à un artéfact de calcul. En effet, lorsqu'on s'intéresse au profil du taux de cisaillement dans l'entrefer sur l'ensemble de la colonne (Figure III. 20), on constate la même intensité maximale du cisaillement à cet endroit pour chacun des agitateurs.

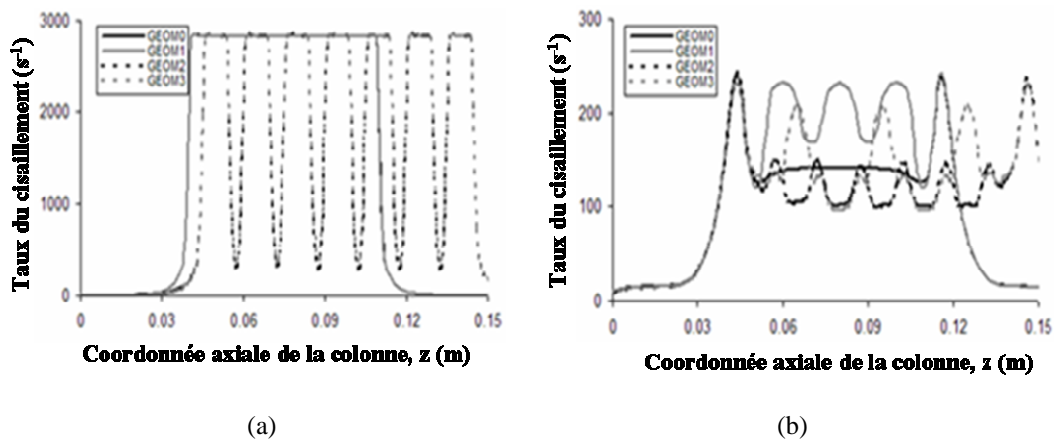


Fig. III. 20. Profil longitudinal du taux de cisaillement à  $Re = 24$  : (a)  $R_{l,z}$  : entrefer pale-paroi et (b)  $R_{2,z}$  : dans le volume.

La figure III. 20a montre une oscillation de l'intensité du taux de cisaillement dans le cas des configurations GEOM2 et GEOM3. L'espacement entre deux agitateurs successifs provoque une chute drastique du cisaillement. L'évolution du profil du taux de cisaillement dans le volume de la colonne ( $R_{2,z}$ ) est présenté sur figure III. 20b. L'intensité du taux de cisaillement est bien entendu plus faible par rapport à l'entrefer. A l'exception de GEOM0, il y a également oscillation du taux de cisaillement liée à l'espacement et/ou au décalage entre les agitateurs. On remarque également que la configuration compacte-décalée (GEOM1) présente une intensité moyenne du taux de cisaillement légèrement supérieure aux autres.

Ces résultats numériques sont en concordance avec les résultats de l'approche qualitative par analyse d'images. Les bulles ayant subies du cisaillement et de l'élongation redeviennent sphériques dans les zones d'espacement entre les agitateurs où le taux de cisaillement est très faible. On peut supposer que ces oscillations du taux de cisaillement contribuent à la réduction de l'efficacité du foisonnement observée.

A la lumière de ce qui précède, on peut alors en déduire que : i) le taux de cisaillement dans l'entrefer est pratiquement identique pour les quatre configurations. (ii) le volume brassé par le taux de cisaillement maximal est le même quelque soit la configuration. Tous ces éléments mettent en évidence que les performances dispersives des configurations sont identiques. Donc les différences observées ne peuvent pas être expliquées par l'évolution du taux de cisaillement.

## IX. Taux d'élongation

Sur la figure III. 21, on expose également les contours du taux d'élongation pour les différentes configurations.

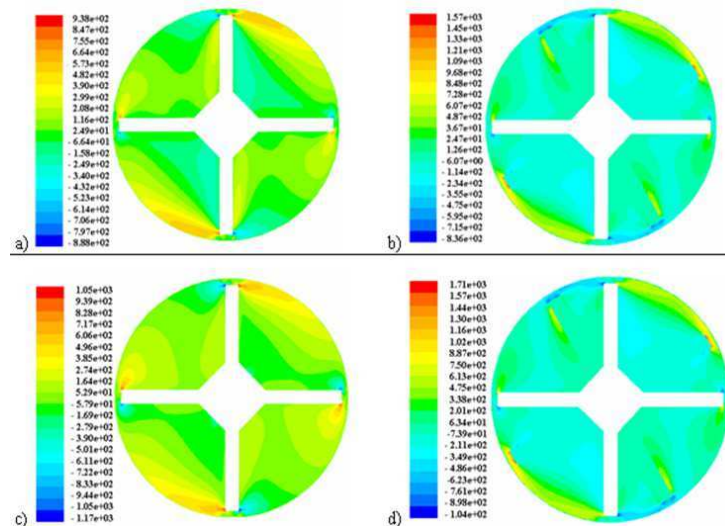


Fig. III. 21. Contours du taux d'élongation ( $s^{-1}$ ) au niveau de la section (AA') à  $Re = 24$ : (a) GEOM0, (b) GEOM1, (c) GEOM2 et (c) GEOM3

On observe une symétrie de révolution de  $180^\circ$  sur les contours du taux d'élongation. Par rapport à la géométrie d'étude, la symétrie de révolution de  $90^\circ$  se produit. Ceci peut être dû aux effets tridimensionnels des vortex. Cependant, cet artéfact numérique ne devrait pas affecter l'interprétation des résultats. Alors, quelle que soit la configuration, il y a une alternance entre des zones de compression et des zones d'élongation respectivement devant et derrière les pales. Il apparaît sur la figure III. 21 que l'ajout d'un angle de  $30^\circ$  crée des zones d'élongation supplémentaires dans le passage d'un agitateur à l'autre. Ces mécanismes d'élongation ont été observés expérimentalement quand les bulles regagnent ces régions. Lorsqu'on s'intéresse au profil longitudinal du taux d'élongation (Figure III. 22) dans la colonne que ce soit à l'entrefer ou dans le volume, on ne constate pas de grande différence entre les configurations.

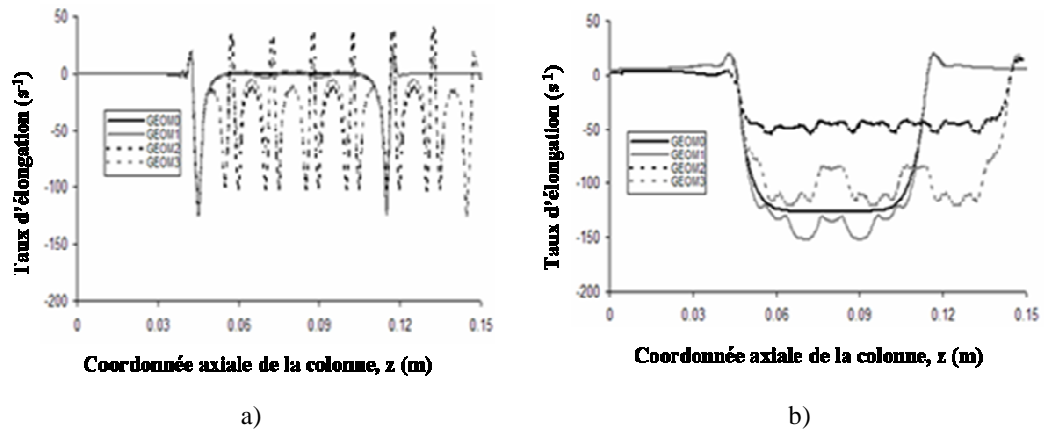


Fig. III. 22. Profil longitudinal du taux d'élongation à  $Re = 24$  : (a)  $R_{l,z}$  : entrefer pale-paroi et (b)  $R_{2,z}$  : dans le volume.

## X. Profil de pression

Dans le procédé de foisonnement, les gradients de pression générés lors de l'écoulement sont très importants puisqu'ils doivent induire une aspiration différentielle entre le liquide et le gaz liée à la différence de leur masse volumique. Sur la figure III. 23, est représenté le profil de pression statique pour les différentes configurations.

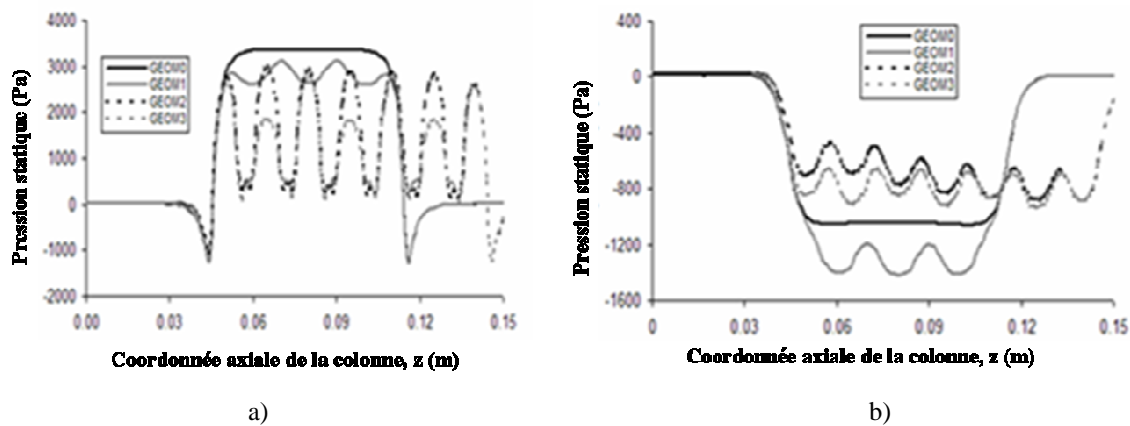


Fig. III. 23. Profil longitudinal de pression à  $Re = 24$  : (a)  $R_{l,z}$  : entrefer pale-paroi et (b)  $R_{2,z}$  : dans le volume.

Signalons que, quelle que soit la configuration d'agitation considérée, il n'y a pas de différence entre la pression à l'entrée et à la sortie du système. Ceci indique que l'énergie mécanique totale produite par l'agitateur est dissipée par l'écoulement ce qui est en accord avec le bilan de conservation de l'énergie. L'entrefer représente une zone de pression (Fig. III. 23a) alors que l'espace entre les agitateurs est plutôt une zone de dépression (Fig. III. 23b). Les variations de pression sont légèrement supérieures pour les configurations compactes que pour les configurations espacées.



La figure III. 24 expose également les contours du profil de la pression au niveau de la section AA'.

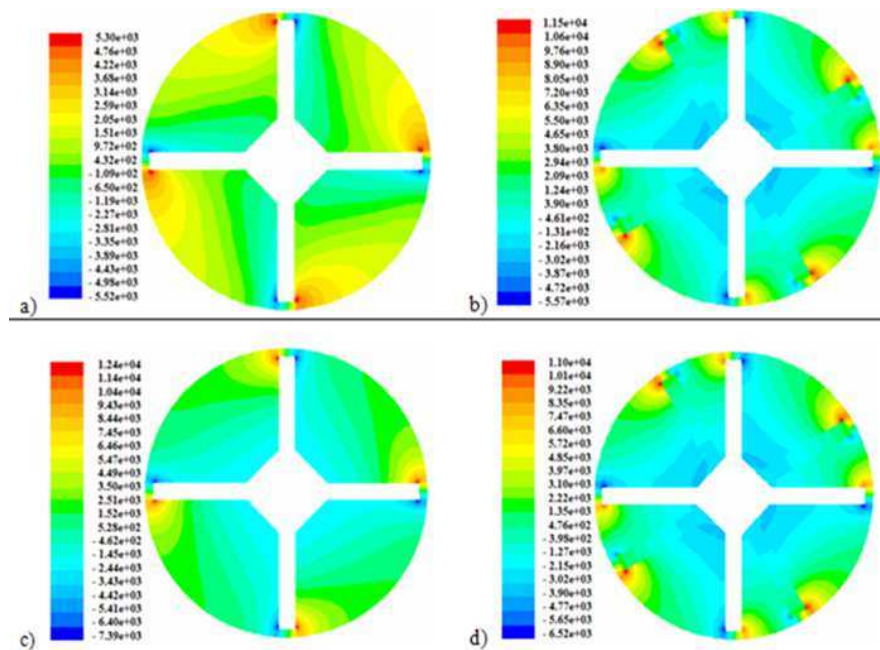


Fig. III. 24. Contours de la pression statique (Pa) au niveau de la section (AA') à  $Re = 24$ : (a) GEOM0, (b) GEOM1, (c) GEOM2 et (d) GEOM3

Une distribution typique de pression au niveau de la section AA' montre qu'il y a une zone de dépression dans l'espace entre les agitateurs. Ceci peut signifier que le gaz tend à s'échapper par le centre si le mélange n'est pas suffisant. On note également des zones de pression devant les pales et des zones de dépression derrière les pales ce qui conduit à un effet Venturi. Quand on utilise les configurations alignées (Fig. III. 24a et III. 24c), l'effet Venturi apparaît entre les deux pales du même agitateur. Par contre, un effet Venturi supplémentaire est observé entre les deux pales des deux agitateurs successifs quand on ajoute un angle de décalage (Fig. III. 24b et III. 24d). Cet effet supplémentaire aura tendance à aspirer une bulle qui passe dans cette zone vers l'agitateur suivant, ce qui a été constaté expérimentalement. La présence des effets Venturi combinée à la multiplication des vortex de Taylor améliore les aspects distributifs des bulles dans la colonne quant à l'utilisation des configurations décalées. En ajoutant les zones d'élongations détectées dans la même zone, ceci peut aider également à la dispersion.

## XI. Conclusion

Cette partie de la thèse a été dédiée à l'étude numérique de l'impact des configurations d'agitateurs sur les profils de l'écoulement et leur conséquence sur la dispersion du gaz dans une colonne à faible entrefer. Rappelons que ces configurations ont été obtenues en faisant varier deux paramètres géométriques, à savoir l'angle et la distance entre deux agitateurs successifs. Dans le chapitre 1, les résultats expérimentaux ont montré que la configuration compacte et décalée d'un angle de  $30^\circ$  améliore l'incorporation du gaz par rapport aux autres configurations. La configuration des agitateurs a un effet sur la puissance dissipée sans pour autant qu'il y ait une relation entre l'efficacité de la dispersion et la consommation énergétique. En effet, les quatre configurations étudiées génèrent les mêmes contraintes de cisaillement et que l'influence de décalage ou d'espacement n'est pas discriminatoire quant aux performances dispersives.

D'autre part, les configurations décalées présentent des structures d'écoulement plus « chaotiques » par la multiplication des zones de vortex. Ceci peut améliorer le transfert radial et favoriser le renouvellement des couches de fluide à la paroi. Un tel comportement permet une meilleure homogénéité du mélange et offre un avantage pour les configurations décalées. Les champs d'écoulement obtenus par simulation viennent confirmer l'approche qualitative par visualisation de la trajectoire des bulles. De plus, l'espacement entre deux agitateurs successifs crée une perturbation dans le profil axial du taux de cisaillement induisant ainsi une relaxation des bulles comme observé dans le chapitre 2. Par voie de conséquence, la dispersion des bulles dans ces régions reste très faible laissant conclure que les configurations compactes semblent être meilleures que celles espacées. Nous avons également montré que la configuration a un effet sur l'aspect d'élongation de l'écoulement. C'est ainsi que la configuration décalée a permis de créer des élongations supplémentaires derrière les pales par rapport à celle alignée. L'approche numérique a également mis l'accent sur l'impact de la configuration sur le profil de pression. De ce fait, le décalage des agitateurs a favorisé l'apparition d'effets Venturi supplémentaires qui viennent s'ajouter à ceux qui sont déjà présents entre deux pales d'un même agitateur dans le cas des configurations alignées. Il apparaît que l'effet combiné entre l'hydrodynamique et l'intensification du transfert radial due au décalage des agitateurs explique la performance observée dans le cas de la configuration optimale. Bien que la simulation monophasique par CFD ne puisse pas expliquer tous les phénomènes complexes qui peuvent avoir lieu dans le cas d'un écoulement bi-phasique (gaz-



liquide), les résultats obtenus sont prometteurs dans la bonne compréhension des paramètres clés du procédé et pourrait servir dans la conception des agitateurs.

## Conclusions générales et Perspectives

Dans ce travail, nous avons étudié l'effet de la configuration des agitateurs sur la dispersion de gaz dans le procédé de foisonnement en continu en régime laminaire par le biais de deux approches : globale et locale. L'objectif était de comprendre l'impact de la configuration des agitateurs (du type pale plan) sur les mécanismes de déformation et rupture des bulles dans une phase continue modèle à base de sirop de glucose en utilisant les WPI comme agent tensioactif.

Le premier chapitre de ce travail a été dédié aux expériences à l'échelle pilote. Cette approche globale a mis en évidence l'influence de la configuration des agitateurs sur l'efficacité de l'incorporation de gaz dans la phase continue. Nos expériences ont montré que l'ajout d'un angle de décalage entre deux agitateurs améliore l'efficacité du foisonnement. Lorsque les agitateurs sont collés et décalés d'un angle de  $30^\circ$ , l'efficacité de foisonnement demeure à 100% tandis que cette efficacité est réduite dès que l'on introduit un espacement entre deux agitateurs ou quand les agitateurs sont alignés. Cependant la configuration des agitateurs n'affecte ni la taille ni la distribution de taille des bulles. Dans ce chapitre, nous nous sommes également intéressés à l'effet de la nature du tensioactif. Si avec les WPI nous avons toujours obtenu un produit foisonné, ceci n'a pas été le cas avec le Tween 20. La substitution des WPI par le Tween 20 modifie à la fois l'efficacité, la taille et la distribution de taille des bulles. Si les expériences réalisées à l'échelle pilote ont permis de montrer que la configuration des agitateurs affecte l'efficacité de foisonnement, elles ne sont pas adaptées pour expliquer la cause de ces différences. Nous avons donc entrepris une étude à la fois qualitative et quantitative à une échelle locale qui fait l'objet du deuxième chapitre de ce travail.

Pour cette étude nous avons utilisé une colonne transparente qui peut être équipée soit par les modules d'agitations que ceux utilisés à l'échelle pilote soit par un deuxième cylindre pour simuler l'écoulement dans un dispositif de type couette. Une caméra nous a permis de suivre la trajectoire d'une traînée de bulles dans différentes configurations en fonction de la vitesse d'agitation. Ainsi, nous avons observé que lorsque les agitateurs sont alignés les bulles subissent peu de déformation dans le sens de l'écoulement. Dès que l'on introduit un angle entre deux agitateurs la trajectoire des bulles ainsi que la phase continue elle-même devient

désordonnée. L'ajout d'un angle de décalage modifie l'écoulement et favorise l'aspect distributif du mélange. Quant aux bulles de gaz, elles subissent des déformations progressives jusqu'à leur rupture par extrémité. Nous avons constaté que l'ajout d'un espacement entre deux agitateurs crée un effet de relaxation sur les bulles par manque de cisaillement dans cette zone.

Les expériences réalisées sur le système couette nous ont permis de montrer que la rupture extrémité est le phénomène de rupture prépondérant. La valeur de  $Ca_c$  correspondant à la rupture est proche de 0,5, cette valeur reste en accord avec les résultats publiés. Le calcul de ce paramètre nous a permis de mettre en évidence que la rupture par extrémité est le mécanisme dominant dans la colonne de foisonnement. En effet le diamètre moyen des bulles obtenu expérimentalement à faible vitesse de rotation reste inférieur au diamètre critique  $d_c$  calculé à partir de  $Ca_c$ . Par contre, lorsque la vitesse augmente le  $d_{\text{moy}}$  devient supérieur au diamètre ( $d_c$ ) ce qui laisse supposer des phénomènes de coalescence.

Dans les conditions de l'agitation identique nous avons observé qu'en présence du WPI des bulles se déforment et finissent par rompre par leur extrémité, ce n'était pas le cas en présence de Tween 20. L'estimation de la concentration surfacique ( $\Gamma_\infty$ ) a montré que pour le Tween 20, cette concentration reste proche de celles que nous avons trouvées dans la littérature pour les constituants des WPI. La différence observée est donc due à d'autres paramètres que  $\Gamma_\infty$ . Ceci peut être lié à la différence de vitesse d'absorption-désorption voire à des phénomènes hors équilibre notamment la diffusion du surfactant vers la surface.

Le dernier chapitre de ce travail a été dédié à une étude hydrodynamique numérique. L'objectif était de déterminer les champs d'écoulement en fonction des configurations dans le but d'apporter des éclaircissements sur les résultats obtenus en chapitre 2. Ainsi nous avons montré que le taux cisaillement moyen et maximum restent les mêmes quelle que soit la configuration des agitateurs. Ce résultat confirme pourquoi la configuration ne modifie pas la taille moyenne des bulles dans le produit foisonné. L'analyse des champs de vitesse montre également que lorsque les agitateurs sont alignés l'écoulement est équivalent à celui observé dans un système couette qui n'est pas favorable à la dispersion du gaz. L'analyse numérique confirme également que l'espacement entre deux agitateurs créent une zone de relaxation par manque de cisaillement dans ces zones. Cependant pour la configuration collée et décalée d'un angle  $\theta$ , l'analyse des lignes de courant montre une structure d'écoulement plus « chaotique » par la multiplication des zones de vortex. On voit apparaître des élongations supplémentaires derrière les pales par rapport à une configuration alignée. Un effet

supplémentaire de cette configuration est l'apparition d'un effet Venturi entre les pales de deux agitateurs successif qui favorise le mélange. L'ensemble de ces phénomènes améliore l'aspect distributif de mélange et confirme l'efficacité de cette configuration pour la dispersion du gaz. Tout en restant lucide sur le fait que la simulation monophasique ne puisse pas expliquer les phénomènes complexes qui peuvent avoir lieu dans le cas d'un écoulement diphasique (gaz-liquide), cependant il semble que l'hypothèse de considérer que le gaz suit les lignes d'écoulement imposés par la phase continue ne soit pas loin de la réalité.

Dans le cadre de ce travail, nous avons initié des travaux sur l'effet de la nature du tensioactif sur la déformation et la rupture du gaz. Le choix du Tween 20 n'était peut-être pas bien adapté à cette étude. Cependant l'outil qualitatif et quantitatif que nous avons développé, peut servir pour les travaux futurs sur le rôle du tensioactif, notamment, en utilisant des tensioactifs de poids moléculaires différents. L'outil numérique présenté dans ce travail peut également servir pour faire des expérimentations numériques à la fois en modifiant les propriétés de la phase continue et/ou la configuration des agitateurs dans le but d'accentuer l'aspect distributif du mélange.

## Références bibliographiques

- Balerin, C., Aymard, P., Ducept, F., Vaslin, S., Cuvelier, G., 2007. Effect of formulation and processing factors on the properties of liquid food foams. *Journal of Food Engineering*, 78, 802-809.
- Barailler, F., Heniche, M., Tanguy, P. A., 2006. CFD analysis of a rotor-stator mixer with viscous fluids. *Chemical Engineering Science*, 61, 2888-2894.
- Bentley, B. J., Leal, L.G., 1986. An experimental investigation of drops deformation and breakup in steady, two-dimensional linear flows. *Journal of Fluid Mechanics*, 167, 241-283.
- Bimbenet, J. J., Trystram, G., 1992. Process control in the food industry. *Transactions of the institution of chemical Engineers, Part C*, 70, 115-125.
- Bos, M. A., Van Vliet, T., 2001. Interfacial rheological properties of adsorbed protein layers and surfactants: a review. *Advances in Colloid Interfaces Science*, 91, 437-471.
- Bouaouina, H., Labbafi, M., Desrumaux, A., Vial, Ch., Durosset, P., Bérot, S., 2005. Impact des conditions d'émulsification sur l'élaboration de mousses laitières type « topping ». *Science des Aliments*, 25, 353-366.
- Brucato, A., Ciofalo, M., Grisafi, F., Micale, G., 1998. Numerical prediction of flow fields in baffled stirred vessels: a comparison of modelling approaches. *Chemical Engineering Science*, 53, 3653-3684.
- Campbell, G. M., Mougeot, E., 1999. Creation and characterisation of aerated food products. *Trends in Food Science and Technology*, 10, 283-296.
- Canedo, E. L., Favelukis, M., Tadmor, Z., Talmon, Y., 1993. An experimental study of bubble deformation in viscous liquids in simple shear flow. *American Institute of Chemical Engineers Journal*, 39, 553-559.
- Cayot, P., Lorient, D., Structures et techno-fonctions des protéines du lait, Lavoisier Tec & Doc, Paris, France (1998).
- Cerf, R. J., 1951. Recherches théorétiques sur l'effet de Maxwell des solutions de macromolécules déformables, 2. Applications de la théorie de la sphère élastique aux solutions de macromolécules en chaînes. *J Chimie Physique et de physico-chimie biologique*, 48, 85.
- Chaffey, C. E., Brenner, H., 1967. A second-order theory for shear deformation of drops. *Journal of Colloid Interface Science*, 24, 258.
- Courthaudon, J-L., Dickinson, E., Matsumura, Y., 1991a. Competitive adsorption of  $\beta$ -lactoglobulin + Tween 20 at the oil-water interface. *Colloids and Surfaces*, 56, 293-300.

- Courthaudon, J-L., Dickinson, E., Dalgleish, G., 1991b. Competitive adsorption of  $\beta$ -casein and non-ionic surfactant in Oil-in-water emulsions. *Journal of Colloid and Interface Science*, 145, 390-395.
- Cox, R. G., 1969. The deformation of a drop in a general time-dependent fluid flow. *Journal of Fluid Mechanics*, 37, 601.
- Cuvelier, G., Michon, C., 2003. Remplacer la gélatine: quelle fonctionnalité? In *Proceeding of polymerix*, Renne, France, 1-9
- Dalmazzone, C., 2000. Génération mécanique des émulsions. *Oil Gas Science Technology*, 55, 281-305.
- De Bruijn, R. A., 1993. Tip streaming of drops in simple shear flows. *Chemical Engineering Science*, 48, 277-284.
- Deshmukh, N. A., Patil, S. S., Joshi, J. B., 2006. Gas induction characteristics of hollow self-inducing-impeller. *Chemical Engineering Research and Design*, 84 (A2), 124-132.
- Dickinson, E., 1996. *Les colloïdes alimentaires* (traduction française par J-L. Courthaudon et M. le Meste). *Editions Masson*, Paris.
- Dickinson, E., 1998. Proteins at interfaces and in emulsions: stability, rheology and interactions. *J. Chem. Soc. Faraday Trans*, 94, 1657-1669.
- Djelveh, G., Gros, J. B., Cornet, J. F., 1998. foaming process analysis for a stirred column with a narrow annular region. *Chemical Engineering Science*, 53, 3157-3160.
- Dumont, E., Fayolle, F., Legrand, J., 2000. Flow regimes and wall shear rates determination within a scraped surface heat exchanger. *Journal of Food Engineering*, 45, 195-207.
- Edwards, D. A., Brenner, H., Wasan, D. T., 1991. *Interfacial Transport Processes and Rheology*. Butterworth-Heinemann, Boston.
- Eggleton, Ch. D., Stebe, K. J., 1998. An Adsorption–Desorption-Controlled Surfactant on a Deforming Droplet. *Journal of Colloid and Interface Science*, 208, 68–80.
- Eggleton, Ch, D., Tsai, T-M., Stebe, K. J., 2001. Tip-streaming from a drop in the presence of surfactants. *Physical Review Letters*, 87, 048302-1 – 048302-4.
- Fradette, L., Li, H.-Z., Choplin, L., Tanguy, P.A., 2006. Gas/liquid dispersions with a SMX static mixer in the laminar regime. *Chemical Engineering Science*. 61, 3506–3518.
- Golemanov, K., Tcholakova, S., Denkov, N.D., Ananthapadmanabhan, K.P., Lips, A., 2008. Breakup of bubbles and drops in steadily sheared foams and concentrated emulsions. *Phys. Rev. E*, 78, 051405-1–051405-11.
- González Méndez, N., 1990. *Mise en œuvre d'un procédé de foisonnement en continu en échangeurs de chaleur à surface raclée. Elaboration de mousses de viande et de poisson*. Thèse de doctorat de l'Université Blaise Pascal, Clermont-Ferrand.

- Grace, H. P., 1982. Dispersion phenomena in high viscosity immiscible fluid systems and application of static mixers as dispersion devices in such systems. *Chem Eng Comm*, 14, 225-277.
- Graham, D. E., Phillips, M. C., 1979. Proteins at liquid interfaces II. Adsorption isotherms, *Journal of Colloid and Interface Science*, 70, 415-426.
- Guido, S., Greco, F., Villone, M., 1999. Experimental determination of drop shape in slow steady shear flow. *Journal of Colloid Interfaces Science*, 219, 298-309.
- Guido, S., Greco, F., 2001. Drop shape under slow steady shear flow and during relaxation: Experimental results and comparison with theory. *Rheol. Acta*, 40, 176–184.
- Guido, S., Simeone, M., Greco, F., 2003. Deformation of a Newtonian drop in a viscoelastic matrix under steady shear flow: Experimental validation of slow flow theory. *J Non-Newton Fluid Mech* 114:65–82.
- Habchi, C., Lemenand, Th., Della Valle, D., Peerhossaini, H., 2009. Liquid/liquid dispersion in a chaotic advection flow. *International Journal of Multiphase Flow*, 35, 485-497.
- Hanselmann, W., Windhab, E., 1999. Flow characteristics and modeling of foam generation in a continuous rotor-stator mixer. *Journal of Food Engineering*, 38, 393-405.
- Hinch, E. J., Acrivos, A., 1980. Long Slender drop in a simple shear flow. *Journal of Fluid Mechanics*, 98, 305-328.
- Hinze, J. O., 1955. Fundamentals of the hydrodynamic mechanism of splitting in dispersion processes. *American Institute of Chemical Engineers Journal*, 1, 289-295.
- Jahoda, M., Moštěk, M., Kukuková, A., Machoň, V., 2007. CFD modelling of liquid homogenisation in stirred tanks with one and two impellers using large eddy simulation. *Chemical Engineering Research and Design*, 85, 616–625.
- Jahoda, M., Tomášková, L., Moštěk, M., 2009. CFD prediction of liquid homogenisation in a gas–liquid stirred tank. *Chemical Engineering Research and Design*, 87, 460–467.
- Janssen, J.J.M, Boon, A., Agterof, W., 1994a. Influence of dynamic interfacial properties on droplet break-up in simple shear flow. *American Institute of Chemical Engineers Journal*, 40, 1929-1938.
- Janssen, J.J.M, Boon, A., Agterof, W., 1994b. Droplet break-up in simple shear flow in the presence of emulsifiers. *Colloid Surfaces A: Physicochemical Engineering Aspects*, 91, 141-148.
- Janssen, J.J.M, Boon, A., Agterof, W., Mellema, J., 2001. Droplet break-up in concentrated emulsions. *Journal of Rheology*, 45, 227-236.
- Kennedy, M. R., Pozrikidis, C., Skalak, R., 1994. Motion and deformation of liquid drops, and the rheology of dilute emulsions in shear flow. *Computer Fluids*, 23, 251-278.

- Kitabatke, N., Dio, E., 1982. Surface tension and foaming of protein solutions. *Journal of Food Science*, 47, 1218-1221.
- Koshy, A., Das, T. R., Kumar, R., 1988. The effect of surfactants on drop breakage in turbulent liquid dispersions. *Chemical Engineering Science*, 43, 649-
- Kroezen, A. B. J., Groot Wassink, J., 1987. Bubble size distribution and energy dissipation in foam mixer. *J Soc Doyer Colour*, 103, 386-394.
- Kroezen, A. B. J., Groot Wassink, J., Bertelin, E., 1988. Foam generation in a rotor-stator mixer. *Chemical Engineering Process*, 24, 145-156.
- Kukuková, A., Moštěk, M., Jahoda, M., Machoň, V., 2005. CFD prediction of flow and homogenisation in a stirred vessel. Part I. Vessel with one and two impellers. *Chemical Engineering Technology*, 28, 1125–1133.
- Labbafi, M., 2006. *Effets combinés des paramètres de formulation et de procédé pour la conduite de l'opération de foisonnement en continu d'une émulsion alimentaire*. Thèse de doctorat de l'Université Blaise Pascal, Clermont-Ferrand.
- Labbafi, M., Bouaouina, H., Vial, Ch., Djelveh, G., Picgirard, L., Casalinho, J., Schorsch, C., 2005. Impact des technologies et des conditions opératoires du foisonnement sur l'élaboration des mousses laitières de type « topping ». *Science des Aliments*, 25, 381-395.
- Levitt, L., Macosko, C. W., 1996. Influence of normal stress difference on polymer drop deformation. *Polymer Engineering Science*, 36, 1647-1655.
- Mabille, C., Leal-Calderon, F., Bibette, J., Schmitt, V., 2003. *Europhys. Lett.* **61**, p 708.
- Mabit, J., Fayolle, F., Legrand, J., 2003. Shear rates investigation in a scraped surface heat exchanger. *Chemical Engineering Science*, 58, 4667-4679.
- Maffetone, P. L., Minale, M., 1999. Equation of change for ellipsoidal drops in viscous flow. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 78, 227-
- Marden Marshall, E., Bakker, A., 2003. Computational Fluid Mixing. Dans *Handbook of Industrial Mixing*. Editeurs: Edward, L. P., Atiemo-Obeng, V et Sauzanne, M. K., John Wiley and Sons, Inc. USA, pp. 1-154.
- Mason, T. G., Bibette, J., 1997. Shear rupturing of droplets in complex fluids. *Langmuir*, 13, p 4600.
- Megias-Alguacil, D., Feigl, K., Dresseler, M., Fischer, P., Whindab, E. J., 2005. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 126, 153-161.
- Mighri, F et Huneault, M., 2001. Dispersion visualization of model fluids in a transparent Couette flow cell. *Journal of Rheology*, 45, 783-797.



Mighri, F., Carreau, P. J., Ajji, A., 1998. Influence of elastic properties on drop deformation and breakup in shear flow. *Journal of Rheology*, 42, 1477-1490.

Migler, K. B., 2000. Droplet vorticity alignment in polymer blends. *Journal of Rheology*, 44, 277-290.

Miller, R., Grigoriev, D. O., Krägel, J., Makievski, A.V., Maldonado-Valderrama, J., Leser, M., Michel, M., Fainerman, V.B., 2005. Experimental studies on the desorption of adsorbed proteins from liquid interfaces. *Food Hydrocolloids*, 19, 479-483.

Milliken, W. J., Leal, L. G., 1994. The influence of surfactant on the deformation and break-up of a viscous drop; the effect of surfactant ability. *J Coll Interf Sci*, 166, 275-285.

Müller-Fischer, N., Windhab, E. J., 2005. Influence of process parameters on microstructure of food foam whipped in a rotor-stator device within a wide static pressure range. *Colloid Surfaces. A: Physicochemical Engineering Aspects*, 263, 353-362.

Müller-Fischer, N., Tobler, Ph., Dressler, M., Fischer, P., Windhab, E.J., 2008. Single bubble deformation and breakup in simple shear flow. *Exp. Fluids*. 45, 917-926.

Murthy, B.N., Deshmukh, N.A., Patwardhan, A.W., Joshi J.B., 2007. Hollow self-inducing impellers: Flow visualization and CFD simulation. *Chemical Engineering Science*, 62, 3839-3848.

Nagata, S., 1975. *Mixing: Principle and Applications*. Wiley, New York.

Narchi, I., 2008. *Etude du procédé de foisonnement en continu des milieux modèles : Interaction formulation-procédé sur les propriétés du produit fini*. Thèse de doctorat de l'Université Blaise Pascal, Clermont-Ferrand.

Narchi, I., Vial, Ch., Djelveh, G., 2011. Comparative study of the design of continuous aeration equipment for the production of food foams. *Journal of Food Engineering*, 102, 105-114.

Pugnaloni, L. A., Dickinson, E., Ettelaie, R., Mackie, A. R., Wilde, P. J., 2004. Competitive adsorption of proteins and low-molecular-weight surfactants : computer simulation and microscopic imaging. *Advances in colloid Interfaces Science*, 107, 27-49.

Rallison, J. M., 1984. The deformation of small viscous drops and bubbles in shear flows. *Ann Rev.*

Rauline, D., Tanguy, P. A., Le Blevet, J. M., Bousquet, J., 1998. Numerical investigation of the performance of several static mixers. *Can. J Chem Eng*, 78, 527-535.

Rodríguez Patino, J. M., Rodríguez Nino, M. R., 1999. Interfacial characteristics of food emulsifiers (proteins and lipids) at the air-water interface. *Colloid Surfaces. B: Biointerfaces*, 15, 235-252.

Rumscheidt, F. D., Mason, S. G., 1961. Particle motions in sheared suspensions: XII. Deformation and burst of fluid drops in shear and hyperbolic flow. *Journal of Colloid Science*, 16, 238-

Rumscheidt, F. D., Mason, S. G., 1962. Breakup of stationary liquid threads. *Journal of Colloid Science*, 17, 260-269.

Rust, A. C., Manga, M., 2002. Bubble shapes and orientations in low *Re* simple shear flow. *Journal of Colloid and Interface Science*, 249, 476-480.

Salager, J. L., Choplin, L., 2008. Mousses : Formation, Formulation et propriétés. In *techniques de l'ingénieur*, vol Génie des procédés, chapitre J2-200, 1-14.

Samanta, S., Ghosh, P., 2011. Coalescence of bubbles and stability of foams in aqueous solutions of Tween surfactants. *Chemical Engineering Research and Design*, 89, 2344-2355.

Souidi, K., Mardaru, A., Roudet, M., Marcati, A., Della Valle, D., Djelveh, G., 2012. Effect of impellers configuration on the gas dispersion in high-viscosity fluid using narrow annular gap unit. Part 1: Experimental approach. *Chemical Engineering Science*, 74, 287-295.

Stegeman, Y. W., 2002. Time dependent behaviour of droplets elongationnel flows. PhD thesis, Eindhoven University of Technology.

Stone, H. A., 1994. Dynamics of drop deformation and breakup in viscous fluids. *Ann Rev Fluid Mech* 26, 65–102.

Stone, H. A., Leal, L. G., 1990. The effects of surfactants on drop deformation and breakup. *Journal of Fluid Mechanics*, 220, 161-

Sumi, Y., Kamiwano, M., 2001. Development and mixing characteristics of a multistage impeller for agitating highly viscous fluids. *Journal of Chemical Engineering of Japon*, 34, 485-492.

Syrbe, A., Bauer, W. J., Klostermeyer, H., 1998. Polymer Science Concepts in Dairy Systems-An Overview of milk protein and Food Hydrocolloid Interaction. *International Dairy Journal*, 8, 179-193.

Taylor, G. I., 1932. The viscosity of a fluid containing small drops of another fluid. *Proc. Roy. Soc. (London)*, A138, 41.

Taylor, G. I., 1934. The formation of emulsions in definable fields of flow. *Proc. Roy. Soc. (London)*, A146, 501.

Taylor, G. I., 1964. Conical free surfaces and fluid interfaces. *Proc. Int. Cong. Of Appl. Mech.*, p. 790, Munich, Springer-Verlag.

Thakur, R. K., 2004. *Dispersion de gaz dans les milieux non-newtonien: application au foisonnement des emulsions alimentaires en continu*. Thèse de doctorat de l'Université Blaise Pascal, Clermont-Ferrand.

- Thakur, R. K., Vial, Ch, Djelveh, G., 2003a. Influence of operating conditions and impeller design on the continuous manufacturing of foam food. *Journal of Food Engineering*, 60, 9-20.
- Thakur, R. K., Vial, Ch, Djelveh, G., 2003b. Foaming of commercial grade food products in continuous stirred column. *Chem Eng Res Des*, 81, 1083-1089.
- Thakur, R. K., Vial, Ch., Djelveh, G., Labbafi, M., 2004. Mixing of complex fluids with flat-bladed impellers: effect of impeller geometry and highly shear-thinning behaviour. *Chemical Engineering Process*, 43, 1211-1222.
- Thakur, R. K., Vial, Ch, Djelveh, G., 2005. Combined effects of process parameters and composition on foaming of dairy emulsions at low temperature in an agitated column. *Journal of Food Engineering*, 68, 335-347.
- Van Aken, G. A., 2001. Aeration of emulsions by whipping. *Colloid Surfaces. A: Physicochemical Engineering Aspects*, 190, 333-354.
- Vial, Ch., Thakur, R., Djelveh, G., Picgirard, L., 2006. Continuous manufacturing of a light-textured foamed fresh cheese by dispersion of a gas phase. I. Influence of process parameters. *Journal of Food Engineering*, 77, 1-13.
- Walstra, P., 2003. Formation of Emulsions and Foams Chapter11, In *Physical Chemistry of Foods*, Marcel Dekker, Inc., New York, Basel, USA.
- Weaire, D., Hutzler, S., 1999. *The Physics of Foams*. Clarendon Press, Oxford (1999).
- Wilde, P. J., 2000. Interfaces: their role in foam and emulsion behaviour. *Current Opinion of Colloid Interfaces Science*, 5, 176-181.
- Williams, A., Janssen, J. M., Prins, A., 1997. Behaviour of droplets in simple shear flow in the presence of a protein emulsifier. *Colloid Surfaces A: Physicochemical Engineering Aspects*, 125, 189-200.
- Yataghene, M., Pruvost, J., Fayolle, F., Legrand, J., 2008. CFD analysis of the flow pattern and local shear rate in a scraped surface heat exchanger. *Chemical Engineering and Processing*, 47, 1550 -1561.
- Zhou, G., Kresta, S. M., 1998. Correlation of mean drop size and minimum drop size with the turbulence energy dissipation and the flow in an agitated tank. *Chemical Engineering Science*, 53, 2063-2079.

## Annexe

### Productions scientifiques

#### A) Publications dans un Journal à comité de lecture:

- 1) Souidi, K., Mardaru, A., Roudet, M., Marcati, A., Della Valle, D., Djelveh, G., 2012. Effect of impellers configuration on the gas dispersion in high viscosity fluid using narrow annular gap unit. Part 1: Experimental approach. *Chemical Engineering Science*, 74, 287-295.
- 2) Mardaru, A., Souidi, K., Marcati, A., Gheorghita, J., Habchi, G., Della Valle, D., Djelveh, G., 2012. Effect of impellers configuration on the gas dispersion in high viscosity fluid using narrow annular gap unit. Part 2: Numerical approach. *Chemical Engineering Science*, 75, 63-74.

#### B) Colloques internationaux:

- 1) Souidi, K., Vial, Ch., Djelveh, G., Influence of impeller design for the continuous foaming of food emulsions in laminar flow conditions. The 5<sup>th</sup> World Congress on Emulsion (2010) (Lyon, France).
- 2) Souidi, K., Mardaru, A., Gheorghita, J., Gabriela, I., Djelveh, G., Rheological characterization of foams obtained by mechanical stirring system. The 8<sup>th</sup> Europe Congress of Chemical Engineering (2011) (Berlin, Germany).

#### C) Colloques nationaux:

- Présentation orale aux JEDSPI :

- 1) Souidi, K., Djelveh, G., Effet de la configuration des agitateurs et de la rhéologie du liquide sur la dispersion du gaz : études expérimentale et numérique. *Journées de l'Ecole Doctorale des Sciences pour l'Ingénieur, JEDSPI* (2011) (Clermont-Ferrand, France).



## **Résumé :**

Cette thèse est dédiée à l'étude de l'effet de la configuration des agitateurs (pales planes) et la nature du tensioactif sur la dispersion de gaz dans un liquide en vue d'obtenir un produit foisonné. Cette étude est menée à deux échelles pilote et locale. Le premier chapitre est dédié à une étude à l'échelle pilote. Les résultats ont montré qu'à conditions opératoires fixées, lorsque les agitateurs sont collés et décalés, l'aspect distributif de la dispersion de gaz est amélioré. L'aspect dispersif (taille des bulles), en revanche, reste peu sensible à la configuration des agitateurs. Les protéines sériques « WPI » comme agent tensioactif améliore l'efficacité de la rétention de gaz alors que le Tween 20 la réduit et provoque l'augmentation de la taille des bulles. Le deuxième chapitre concerne une approche locale qualitative (observation optique) et quantitative (détermination de capillaire critique). L'étude qualitative a montré que l'ajout d'un angle de décalage modifie l'écoulement du liquide et les bulles suivent la trajectoire imposée par le liquide. Lorsque les protéines WPI est utilisé comme agent tensioactif, sous l'action de la contrainte de cisaillement, les bulles subissent une déformation qui se termine par une rupture par extrémité. Un système couette a permis de déterminer un nombre capillaire critique correspondant à cette rupture. Par contre, en présence du Tween 20, la déformation ne conduit jamais à une rupture par extrémité. Le troisième chapitre de ce travail est dédié à une étude numérique de l'hydrodynamique de l'écoulement. Cette étude a permis de confirmer les résultats obtenus par l'approche qualitative. A titre d'exemple, un décalage entre deux agitateurs collés conduit à la multiplication des zones de vortex, à l'apparition des elongations supplémentaires et d'effet venturi favorables à l'aspect distributif de la dispersion. L'étude numérique montre également que le gradient maximal et moyen de vitesse reste indépendant de la configuration, ce qui explique pourquoi la taille moyenne est indépendante de la configuration.

*Mots clés :* foisonnement, dispersion gaz-liquide, rupture, configuration d'agitateurs, simulation numérique.

## **Abstract :**

Flat-blad impellers configuration coupled with tensioactive agents have been used to study gas dispersion in foaming process. The work has been conducted at pilot and local scales. The first chapter is devoted to a study at the pilot scale. The results showed that under a given operating conditions, a shift between two glued successive impellers promotes distributive aspect of the gas dispersion. However the dispersive aspect (bubble size), remains independent of the impellers configuration. The pilot-scale experiments have also shown that the "WPI" enhance foaming efficiency, while, Tween 20 reduces it and increases the size of the bubbles. The second chapter links with a qualitative (optical observation) and quantitative (determination of critical capillary) at local scale. It has been observed that shifted-impellers modify the flow pattern and promotes the distributive aspect of the mixture. When the WPI is used as a surfactant, shear stress induces bubble deformation until a tip-breakup occurs. Using a Couette system, it has been shown that there exist a critical capillary number corresponding to this rupture. However, the deformation does never induced tip-breakup when using Tween 20. The third chapter of this work is devoted to a numerical study of liquid hydrodynamics under different configuration. It appears that the configuration where the impellers are glued and shifted induces the multiplication of the vortex, the appearance of additional elongations and venturi effect. These effects seem to improve the distributive aspect of mixing in agreement with the results obtained previously. The numerical study also shows that the maximum and average shear gradient is independent of the configuration. This result explains why the mean bubble size remains independent of the configuration.

*Keywords:* Foaming, gas-liquid dispersion, rupture, impeller configurations, numerical simulation.